
**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
кислотного числа и кислотности**

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of acid value and
acidity*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 660:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава



Ссылочный номер
ISO 660:2009(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 660:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликован в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 660 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 660:1996), которое было пересмотрено технически. Данное издание включает также Изменение к ISO 660:1996/Amd.1:2003.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660-2009>

Жиры и масла животные и растительные. Определение кислотного числа и кислотности

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает три метода определения (два титрометрических и один потенциометрический) кислотности животных и растительных жиров и масел, далее именуемых жирами. Кислотность выражается как кислотное число или, на выбор, как условно вычисленная кислотность.

Настоящий международный стандарт применим к очищенным и неочищенным жирам и маслам, жирным кислотам соапстока (жировой смеси для варки мыла) или техническим жирным кислотам. Эти методы неприменимы к воскам.

Так как данные методы не являются специфическими, их нельзя применять для дифференцирования минеральных кислот, свободных жирных кислот и других органических кислот. Поэтому, кислотное число также включает любые минеральные кислоты, которые могут присутствовать в жирах.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы необходимы для применения настоящего международного стандарта. Для жестких ссылок применяется только то издание, на которое дается ссылка. Для плавающих ссылок применяется самое последнее издание нормативного ссылочного документа.

ISO 661, *Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания*

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

3.1

кислотное число **acid value**

количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира, при определении в соответствии с процедурой, установленной в данном международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Кислотное число выражается в миллиграммах на грамм.

3.2

кислотность **acidity**

содержание свободных жирных кислот, определяемое в соответствии с процедурой, установленной в данном международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Кислотность выражается в процентах по массе. Если результат определения выражен как кислотность без дальнейшего уточнения, это значит, что кислотность пересчитана на содержание олеиновой кислоты.

4 Принцип

Пробу растворяют в соответствующем смешанном растворителе и титруют присутствующие кислоты спиртовым или метанольным раствором гидроксида калия или натрия.

Методы, указанные в 9.1 и 9.2 являются контрольными методами.

5 Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Обращается внимание на регламенты по обращению с опасными веществами. Необходимо соблюдать меры технической, организационной и личной безопасности.

Используют реактивы установленной аналитической чистоты, если не указано иное.

5.1 Растворитель А для смешанного растворителя (5.3): этанол, объемная доля, $\varphi \approx 96 \%$.

В качестве замены может использоваться пропан-2-ол, объемная доля, $\varphi \approx 99 \%$.

5.2 Растворитель В для смешанного растворителя (5.3): диэтиловый эфир, без пероксида.

В качестве замены, можно использовать *трет*-бутилметиловый эфир, петролейный эфир (диапазон кипения 40 °C - 60 °C) или толуол.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Диэтиловый эфир – легко воспламеняющееся вещество и может образовывать взрывчатые пероксиды. Использовать с большой осторожностью.

5.3 Смешанный растворитель, смешивают равные объемы растворителя А и В, (напр., $\varphi_A = 50$ мл/100 мл и $\varphi_B = 50$ мл/100 мл).

Для твердых или животных жиров рекомендуется использовать смешанный растворитель, состоящий из одного объема растворителя А (напр., 25 мл) и трех объемов *трет*-бутилметилового эфира или толуола (например, 75 мл).

Нейтрализуют непосредственно перед использованием, добавляя раствор гидроксида калия в присутствии 0,3 мл раствора фенолфталеина на 100 мл смешанного растворителя.

Для титрования водным раствором гидроксида калия (КОН) может использоваться растворитель пропан-2-ол.

5.4 Этанол или метанол, минимальная объемная фракция, $\varphi = 95 \%$.

5.5 Гидроксид натрия или гидроксид калия, эталонные титрованные растворы этанола и метанола, с концентрацией вещества $c(\text{NaOH})$ или $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/л и 0,5 моль/л. Точная концентрация должна быть проверена эталонным титрованным раствором HCl.

ПРИМЕЧАНИЕ Спиртовой (этанол/метанол) раствор гидроксида калия/натрия можно заменить водным раствором гидроксида калия/натрия, но только в том случае, если объем добавленной воды не приведет к разделению фаз.

5.6 Фенолфталеин, раствор в этаноле, концентрация по массе, $\rho = 1$ г/100 мл.

5.7 Тимолфталеин, раствор в этаноле, концентрация по массе, $\rho = 2$ г/100 мл.

5.8 Щелочной голубой 6В, раствор в этаноле, концентрация по массе, $\rho = 2$ г/100 мл.

Для темноокрашенных жиров должен использоваться **щелочной голубой** или **тимолфталеин**.

5.9 Вода в соответствии с ISO 3696, степень чистоты 3.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Бюретка вместимостью 10 мл, с ценой деления 0,02 мл, ISO 385^[1] класс А.

6.2 Бюретка вместимостью 25 мл, с ценой деления 0,05 мл, ISO 385^[1] класс А.

6.3 Весы аналитические, обеспечивающие взвешивание с точностью 0,001 г.

6.4 Прибор для автоматического титрования (на основе электродного потенциометрического определения) или потенциометр.

6.5 Комбинированный рН-электрод для безводного кислотного/щелочного титрования.

6.6 Градуированные мерные колбы, вместимостью 1 000 мл, ISO 1042^[2] класс А.

7 Отбор проб

Важным фактором является получение лабораторией представительной пробы, которая не была бы повреждена или заменена в период транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, приведенного в настоящем международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 5555^[3].

8 Приготовление пробы для испытания

Готовят испытываемую пробу в соответствии с ISO 661, за исключением ее нагревания и фильтрования, в случае, если проба содержит летучие жирные кислоты.

9 Методика

9.1 Метод с применением холодного растворителя и индикатора (контрольный метод)

9.1.1 В зависимости от ожидаемого значения кислотного числа выбирают массу испытываемой пробы и концентрацию щелочи по Таблице 1.

9.1.2 В соответствии с Таблицей 1 отвешивают пробу в 250 мл коническую колбу.

9.1.3 Добавляют 50 мл к 100 мл нейтрализованной смеси растворителей (5.3) и растворяют пробу, слегка подогрев, при необходимости.

Для проб с высокой точкой плавления используют смесь этанола с толуолом.

9.1.4 После добавления индикатора (5.6, 5.7 или 5.8), титруют, используя эталонный раствор гидроксида калия, постоянно перемешивая (5.5). Конец титрования достигается, если при добавлении одной капли щелочи происходит слабо выраженное, но заметное изменение цвета, устойчивого в течение 15с.

Таблица 1 — Массы испытываемой пробы и концентрации щелочи

Группа продукта (примеры)	Ожидаемое значение кислотного числа	Масса испытываемой пробы	Концентрация КОН	Точность взвешивания испытываемой пробы
		г	моль/л	г
Очищенные растительные масла Животные жиры	0 до 1	20	0,1	0,05
Неочищенные растительные масла Технические животные жиры	1 до 4	10	0,1	0,02
	4 до 15	2,5	0,1	0,01
Жирные кислоты для мыла	15 до 75	0,5	0,1	0,001
		3,0	0,5	
Технические жирные кислоты	> 75	0,2	0,1	0,001
		1,0	0,5	

9.2 Метод потенциометрического титрования с применением холодного растворителя (контрольный метод)

9.2.1 В соответствии с Таблицей 1 отвешивают испытываемую пробу в 150 мл стакан.

9.2.2 Добавляют 50 мл к 100 мл нейтрализованной смеси растворителей (5.3) и растворяют пробу, слегка подогрев, при необходимости.

Для проб с высокой точкой плавления используют смесь этанола с толуолом.

9.2.3 Вводят комбинированный электрод в смесь растворителей и подсоединяют его к прибору для автоматического титрования.

9.2.4 Запускают смеситель, по крайней мере, на 30 с и затем титруют эталонным раствором гидроксида калия, постоянно перемешивая (5.5).

9.2.5 Как только будет достигнута точка эквивалентности, регистрируют количество использованного эталонного раствора.

9.3 Метод с применением горячего этанола и индикатора

9.3.1 В соответствии с условиями данного метода жирные кислоты с короткой углеродной цепью, в случае их наличия, являются летучими.

9.3.2 Отвешивают в колбу достаточную массу испытываемой пробы в зависимости от цвета и ожидаемого значения кислотного числа, как указано в Таблице 1.

9.3.3 Во второй колбе нагревают до кипения 50 мл этанола, содержащего 0,5 мл индикатора фенолфталеина. Пока температура этанола выше 70°C его осторожно нейтрализуют раствором гидроксида натрия или калия концентрацией 0,1 моль/л.

Конец титрования достигается, если при добавлении одной капли щелочи происходит слабо выраженное, но заметное изменение цвета, устойчивого в течение 15с.

Для темно-окрашенных жиров могут потребоваться большие объемы этанола и индикатора. Более того, для темно-окрашенных жиров должен использоваться щелочной голубой или тимолфталеин.

9.3.4 Добавляют нейтрализованный этанол в первую колбу с испытываемой пробой и тщательно перемешивают. Доводят содержимое до кипения и титруют раствором гидроксида натрия или калия, тщательно взбалтывая содержимое колбы во время титрования.

10 Расчет

Кислотное число, w_{AV} , или содержание жирных кислот, w_{FFA} , регистрируют следующим образом:

- до второго десятичного знака для значений от 0 до 1 включительно;
- до первого десятичного знака для значений от 1 до 100 включительно 100;
- как целое число для значений > 100 .

В дополнение к следующим расчетам приблизительное содержание свободных жирных кислот (кислотность) рассчитывают из формулы:

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

10.1 Кислотное число

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

$$w_{AV} = \frac{56,1 \times c \times V}{m}$$

где

c точная концентрация используемого эталонного титрованного раствора гидроксида натрия или калия, моль/л;

V объем используемого эталонного титрованного раствора гидроксида натрия или калия, мм;

m масса испытуемой пробы, г. [ISO 660:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660:2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf1aa8f-c05c-47a5-9b54-5bb94fd5c06e/iso-660:2009)

10.2 Кислотность или содержание свободных жирных кислот

Кислотность или содержание свободных жирных кислот, w_{FFA} , выраженное как процент по массе и в зависимости от типа жира (см. Таблицу 2), равно:

$$w_{FFA} = \frac{V \times c \times M \times 100}{1000 \times m}$$

где

V объем используемого эталонного титрованного раствора гидроксида натрия или калия, мл;

c концентрация используемого эталонного титрованного раствора гидроксида натрия или калия, моль/л;

M молярная масса выбранной кислоты для выражения результата (см. Таблицу 2) в зависимости от типа жира, г/моль;

m масса испытуемой пробы, в граммах.

Таблица 2 — Выбор жирной кислоты для расчета кислотности

Тип жира	В пересчете на	Молярная масса г/моль
Кокосовое, пальмоядровое и подобные масла	Лауриновую кислоту	200
Пальмовое масло	Пальмитиновую кислоту	256
Масла из некоторых крестоцветных вида <i>Cruciferae</i> ^a	Эруковую кислоту	338
Все другие жиры	Олеиновую кислоту	282
^a В случае рапсового масла с содержанием эруковой кислоты максимум 5% кислотность должна быть пересчитана на олеиновую кислоту.		
ПРИМЕЧАНИЕ Если результат регистрируют просто как «кислотность» без дальнейшего определения, то его выражают в пересчете на олеиновую кислоту. Если проба содержит минеральные кислоты, то их условно определяют как жирные кислоты.		

11 Сходимость результатов

Подробности межлабораторных испытаний приведены в Приложении А. Значения, полученные на основе этих межлабораторных испытаний, могут быть неприменимы к другим диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

11.1 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух независимых испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одинаковом оборудовании за короткий промежуток времени, должна превышать значения, указанные в Таблицах А.1 – А.3, не более чем в 5 % случаев.

11.2 Воспроизводимость

Абсолютная разность между результатами двух независимых испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, должна превышать значения, указанные в Таблицах А.1 – А.3, не более чем в 5 % случаев.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- ссылку на данный международный стандарт;
- полученные результаты с четким указанием способа расчета;
- любые рабочие режимы, не указанные в данном международном стандарте, или считающиеся необязательными.