

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
3657**

Четвертое издание
2013-07-15

Жиры и масла животные и растительные. Определение числа омыления

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of saponification
value*

ISO 3657:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef2a435d-910a-4c92-94ed-4a8d67739852/iso-3657-2013>

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



Ссылочный номер
ISO 3657:2013(R)

© ISO 2013

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 установку интегрированных шрифтов в 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 3657:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef2a435d-910a-4c92-94ed-4a8d67739852/iso-3657-2013>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

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

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	1
5 Реактивы	1
6 Аппаратура.....	2
7 Отбор проб.....	2
8 Приготовление испытательного образца.....	3
9 Процедура	3
9.1 Навеска.....	3
9.2 Определение.....	3
9.3 Холостое испытание.....	3
10 Выражение результатов	3
11 Прецизионность.....	4
11.1 Результаты межлабораторного испытания.....	4
11.2 Повторяемость.....	4
11.3 Воспроизводимость.....	4
12 Протокол испытания.....	4
Приложение А (информативное) Результаты межлабораторного испытания	5
Приложение В (информативное) Расчет числа омыления по данным состава жирных кислот	6
Библиография.....	10

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 осуществляет тесное сотрудничество с международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, использованные для разработки этого документа, и процедуры для его последующего поддержания описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, следует отметить различные критерии одобрения, необходимые для разных типов документов ISO. Проект этого документа был разработан по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2, www.iso.org/directives.

Обращается внимание на то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав. Детали любых патентных прав, идентифицированных при разработке настоящего документа, будут указаны во введении или в списке ISO полученных патентных деклараций, www.iso.org/patents.

Любое фирменное название, используемое в этом документе, указывается только как информация для удобства пользователей и не является рекомендацией.

Комитетом, ответственным за этот документ, является ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитет SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Это четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 3657:2002), которое было технически пересмотрено.

Жиры и масла животные и растительные. Определение числа омыления

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод для определения числа омыления животных и растительных жиров. Число омыления является мерой свободных и эстерифицированных кислот, присутствующих в жирах и жирных кислотах.

Этот метод применяется для очищенных и необработанных растительных и животных жиров.

При наличии минеральных кислот, результаты, полученные этим методом, невозможно интерпретировать, если эти минеральные кислоты не будут определены отдельно.

Число омыления можно также вычислить из данных для жирных кислот методом газожидкостного хроматографического анализа, описанного в Приложении В. Для этого вычисления необходима уверенность, что проба не содержит больших примесей или термически деградирует.

2 Нормативные ссылки

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

ISO 661, *Масла и жиры животные и растительные. Подготовка образца для испытаний*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются нижеследующие термины и определения.

3.1

число омыления
saponification value

количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для омыления 1 г анализируемого продукта

Примечание 1 для ввода данных: Число омыления является безразмерной величиной. Общепринятое сокращение ЧО (SV).

4 Принцип

Испытательный образец с избытком этанольного гидроксида калия омыляют путем кипячения с обратным холодильником и последующего титрования избыточного гидроксида калия, используя титрованный раствор соляной кислоты.

5 Реактивы

Используются только реактивы признанной чистоты и дистиллированная или деминерализованная вода эквивалентной чистоты.

5.1 Этанол, объемная доля $\varphi = 95 \%$.

5.2 Гидроксид калия, $c(\text{KOH}) = 0,5$ моль/л раствора в этаноле.

Этот раствор должен быть бесцветным или бледно-желтым. Устойчивый бесцветный раствор может быть приготовлен посредством одной из следующих процедур.

a) Кипятят с обратным холодильником 1 л этанола (5.1) с 8 г гидроксида калия и 5 г алюминиевых гранул в течение 1 ч, затем сразу же дистиллируют. Растворяют требуемое количество гидроксида калия (приблизительно 35 г) в дистилляте. Отстаивают несколько дней, затем декантируют прозрачную всплывающую жидкость от осажденного карбоната калия в обычную колбу из коричневого стекла.

b) Добавляют 4 г трет-бутилата до 1 л этанола и дают смеси отстояться в течение нескольких дней. Декантируют всплывающую жидкость и растворяют в ней требуемое количество гидроксида калия. Отстаивают несколько дней и затем декантируют прозрачную всплывающую жидкость от осажденного карбоната калия в обычную колбу из коричневого стекла.

5.3 Соляная кислота, стандартный титрованный раствор, $c(\text{HCl}) = 0,5$ моль/л.

5.4 Раствор фенолфталеина, $\rho = 0,1$ г/100 мл в этаноле (5.1).

5.5 Раствор щелочного голубого 6Б, $\rho = 2,5$ г/100 мл в этаноле (5.1).

5.6 Вспомогательные средства для кипячения.

6 Аппаратура

Используются обычные лабораторные приборы и, в частности, следующие.

6.1 Коническая колба, вместимостью 250 мл, сделанная из щелочестойкого стекла с притертым горлышком.

6.2 Обратный холодильник, соединенный с конической колбой стеклянным шлифом (6.1).

6.3 Нагревательное устройство (например, водяная баня, электрическая нагревательная плитка или другое подходящее устройство). Открытое пламя не подходит.

6.4 Бюретка, вместимостью 50 мл, градуированная с делениями 0,1 мл, или **автоматическая пипетка**.

6.5 Пипетка, вместимостью 25 мл или **автоматическая пипетка**.

6.6 Аналитические весы, считываемость 0,0001 г, точность взвешивания 0,001 г.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в этом стандарте. Рекомендованный метод отбора проб дан в ISO 5555.

Важно, чтобы лаборатория получила действительно представительную пробу, которая не была повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

8 Приготовление испытательного образца

Испытательный образец готовят согласно ISO 661.

Испытательные образцы тщательно перемешивают и фильтруют при наличии видимых примесей; если фильтрование необходимо, это следует указать в протоколе испытаний.

9 Процедура

9.1 Навеска

Отвешивают с точностью 5 мг приблизительно 2 г испытательного образца (Раздел 8) в коническую колбу (6.1).

Навеску 2 г определяют на основе чисел омыления от 170 до 200. Для других чисел омыления массу следует соответственно изменять, так чтобы приблизительно половина этанольного раствора гидроксида калия была нейтрализована. Рекомендации для массы навесок даны в Таблице 1.

Таблица 1. Масса навески

Ожидаемое число омыления	Масса навески
150 до 200	2,2 до 1,8 г
200 до 250	1,7 до 1,4 г
250 до 300	1,3 до 1,2 г
>300	1,1 до 1,0 г

9.2 Определение

9.2.1 Используя пипетку (6.5), добавляют к навеске 25,0 мл этанольного раствора гидроксида калия (5.2) и некоторое количество вспомогательных средств для кипячения (5.6). Обратный холодильник (6.2) соединяют с колбой, помещают колбу на нагревательное устройство (6.3) и мягко кипятят, время от времени встряхивая, в течение 60 мин или в течение 2 ч в случае масел и жиров, имеющих высокую температуру плавления и которые трудно омылять.

9.2.2 Добавляют 0,5 мл горячего раствора к 1 мл раствора фенолфталеина (5.4) и титруют стандартным титрованным раствором соляной кислоты (5.3) до исчезновения розового цвета индикатора. При яркой окраске раствора используют от 0,5 мл до 1 мл раствора щелочного голубого 6 В (5.4).

9.3 Холостое испытание

Холостое испытание проводят согласно процедуре, установленной в 9.2, снова используя 25,0 мл этанольного раствора гидроксида калия (5.2), но без испытательной навески.

10 Выражение результатов

Число омыления I_s определяется уравнением

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

где

V_0 — объем, в миллилитрах, стандартного титрованного раствора соляной кислоты (5.3), используемого для холостого испытания;

- V_1 объем, в миллилитрах, стандартного титрованного раствора соляной кислоты (5.3), используемого для определения;
- c точная концентрация, в молях на литр, стандартного титрованного раствора соляной кислоты (5.3);
- m масса, в граммах, навески (9.1).

В качестве результата берут среднее арифметическое двух определений, если требование повторяемости удовлетворено (Раздел 11).

Результат выражают как целое число.

11 Прецизионность

11.1 Результаты межлабораторного испытания

Межлабораторное испытание, выполненное на международном уровне в 2000 Немецким институтом стандартов (DIN), в котором приняли участие 22 лаборатории, каждая из которых провела два определения на каждом образце, дало статистические результаты (оцененные согласно ISO 5725-1^[2] и ISO 5725-1^[3]), показанные в Таблице А.1.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя отдельными независимыми результатами анализа, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим то же самое оборудование, в короткий интервал времени, не должна превышать предел повторяемости, r , указанный в Таблице А.1, более чем в 5 % случаев

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя отдельными независимыми результатами анализа, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом материале в разных лабораториях разными операторами, использующими различное оборудование, не должна превышать предел воспроизводимости R , указанный в Таблице А.1, более, чем в 5 % случаев.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать как минимум следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- b) используемый метод отбора проб, если известно;
- c) была ли необходима фильтрация испытательного образца;
- d) используемый метод испытания со ссылкой на этот международный стандарт (ISO 3657:2013)
- e) указание, какой индикатор был использован, 5.4 или 5.5;
- f) все рабочие детали, не установленные в этом международном стандарте или рассматриваемые как факультативные, вместе с деталями всех инцидентов, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;
- g) полученные результаты испытания или, если проверялась повторяемость, последний цитируемый результат, который был получен.

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторного испытания

Международное совместное испытание, включающее 22 лаборатории в восьми странах, было проведено на пяти образцах.

А: Кокосовое масло В: Пальмовое масло С: Рапсовое масло D: масло из среднецепочечных триглицеридов (МСТ) Е: Смесь из А объемом 60 % и D объемом 40 %

Испытание было организовано DIN в 2000, и полученные результаты подлежали статистическому анализу согласно ISO 5725-2^[3], чтобы получить данные о прецизионности, приведенные в Таблице А.1.

Таблица А.1. Обзор статистических результатов

Параметр	Рапсовое масло	Пальмовое масло	Кокосовое масло	60 % А + 40 % D	МСТ масло
Количество участвующих лабораторий (<i>N</i>)	22	22	22	22	20
Количество лабораторий после исключения выбросов (<i>n</i>)	19	17	20	18	16
Количество индивидуальных результатов испытаний всех лабораторий для каждого образца (<i>z</i>)	38	34	40	36	32
Среднее значение (\bar{I}_S)	190,2	199,5	256,8	287,5	334,1
Стандартное отклонение повторяемости (<i>s_r</i>)	0,7	0,6	0,7	0,7	1,4
Коэффициент вариации повторяемости (<i>C_{V,r}</i>), %	0,4	0,3	0,3	0,2	0,4
Предел повторяемости (<i>r</i>)	1,1	0,8	0,8	0,6	1,6
Стандартное отклонение воспроизводимости (<i>s_R</i>)	1,8	2,0	4,2	2,4	2,9
Коэффициент вариации воспроизводимости (<i>C_{V,R}</i>), %	0,9	1,0	1,6	0,8	0,9
Предел воспроизводимости (<i>R</i>)	2,5	2,8	4,5	2,2	2,5

Приложение В (информативное)

Расчет числа омыления по данным состава жирных кислот

В.1 Общие вопросы

Уравнения в В.3 до В.6 дают математический подход к определению числа омыления жиров и масел и их составляющих ацилглицеринов на основе использования состава жирных кислот, указываемых как жирные кислоты, метиловые или другие эфиры жирных кислот.

Приведенные здесь уравнения являются, таким образом, весьма подходящими для использования на компьютере. Дается пример с решением для выполнения ручного вычисления (В.7).

Метиловые эфиры жирных кислот определяют, используя ISO 5508,^[4] ISO 12966-2,^[5] и ISO 12966-3,^[6]

В.2 Символы и сокращенные термины

I_{sc}	вычисленное число омыления
i	отдельная жирная кислота, эфир или триацилглицерин
$M_{F(i)}$	относительная молекулярная масса i -й жирной кислоты или эфира
$M_{T(i)}$	относительная молекулярная масса i -го триацилглицерина
M_{CH_2}	относительная молекулярная масса CH_2 (14,026 7)
M_{H_2}	относительная молекулярная масса H_2 (2,015 9)
M_{HCOOH}	относительная молекулярная масса $HCOOH$ (46,025 5)
$C_{F(i)}$	углеродное число i -й жирной кислоты или эфира
$C_{T(i)}$	углеродное число i -го триацилглицерина
$n_{F(i)}$	количество двойных связей в i -й жирной кислоте или эфире
k	целочисленная постоянная для производной жирной кислоты
$M_{T(i)}$	относительная молекулярная масса i -го триацилглицерина
$C_{T(i)}$	углеродное число i -го триацилглицерина
$N_{T(i)}$	количество двойных связей в i -м триацилглицерине
\bar{M}	средняя относительная молекулярная масса всех жирных кислот в испытательном образце
$w_{F(i)}$	процентная массовая доля i -й жирной кислоты или эфира