
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, Animal and vegetable fats and oils —
Determination of alkalinity, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «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 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 «Животные и растительные жиры и масла. Определение щелочности» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of alkalinity», IDT).

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).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2002 — Все права сохраняются
© Стандартиформ, оформление, 2016, 2019



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

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 различия 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

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все 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 следующий 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 см³ ацетона, 20 см³ воды и 10 см³ раствора бромфенолового синего (2 г/дм³ в ацетоне). Добавляют раствор гидроксида натрия [с (NaOH) = 0,1 моль/дм³] до получения синего цвета, затем добавляют соляную кислоту [с (HCl) = 0,1 моль/дм³] до появления желтовато-зеленого цвета.

5.3 Стандартный объемный раствор соляной кислоты, $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, 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 см³ до 500 см³.

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 см³ 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 см³ 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, %:

а) щелочность в пересчете на гидроксид натрия вычисляют по формуле

$$A = \frac{4Vc}{m},$$

б) 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.

Т а б л и ц а 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_p (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 ссылочных международных стандартов
межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 660:1996	—	*
ISO 661:1989	—	*
ISO 3696:1987	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

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)

Ключевые слова: масла растительные, жиры животные, щелочность

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.11.2019. Подписано в печать 06.12.2019. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru