



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

НАСІННЯ ОЛІЙНИХ КУЛЬТУР

Визначення кислотності олії
(ISO 729:1988, IDT)

ДСТУ ISO 729:2005

Видання офіційне

БЗ № 3-2005/157

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2007

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Український науково-дослідний інститут олій та жирів спільно з Технічним комітетом стандартизації «Олії, жири та продукти їх переробки» (ТК 86)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: Л. Сімакович; Г. Гаврилов, канд. техн. наук;
Л. Григорова; Л. Кузнецова

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 14 квітня 2005 р. № 90 з 2006–10–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 729:1988 Oilseeds — Determination of acidity of oils (Насіння олійних культур. Визначення кислотності олій)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

ЗМІСТ

	с.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Принцип	2
5 Реактиви	2
6 Апаратура	3
7 Відбирання проб	3
8 Процедура	3
9 Опрацювання результатів	3
10 Протокол випробовування	5

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 729:1988 Oilseeds — Determination of acidity of oils (Насіння олійних культур. Визначення кислотності олії).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 86 «Олії, жири та продукти їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;

— структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ», «Терміни та визначення понять» і «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— до розділу 2 «Нормативні посилання» додано «Національне пояснення», виділене в тексті рамкою;

— одиниці вимірювання об'єму (ml) та «l» замінено на «см³» та «дм³» згідно з вимогами ДСТУ 3651-97 Метрологія. Одиниці фізичних величин. Похідні одиниці фізичних величин міжнародної системи одиниць та позасистемні одиниці. Основні поняття, назви та позначення.

Копії нормативних документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Головному фонді нормативних документів ДП «УкрНДНЦ».

ПОПРАВКИ, ВНЕСЕНІ В ІНФОРМАЦІЙНІ ПОКАЖЧИКИ «СТАНДАРТИ»

на підставі наказу Держспоживстандарту України від 11.04.2007 р. № 82
щодо зміни чинності національних та міждержавних стандартів,
затверджених попередніми наказами

ІПС № 5-2005

Місце поправки	Надруковано	Повинно бути
Розділи «Затверджені національні стандарти України» і «Позначення затверджених національних стандартів України»: рядок ДСТУ ISO/IEC 2382-9:2005, ДСТУ ISO/IEC 2382-14:2005 рядки	01.10.2006	01.08.2008
ДСТУ ISO 729:2005, ДСТУ ISO 9459-1:2005, ДСТУ ISO 10381-4:2005, ДСТУ ISO 14235:2005, ДСТУ ISO 15175:2005, ДСТУ ISO 15800:2005, ДСТУ ISO/IEC 17024:2005, ДСТУ EN 1677-5:2005, ДСТУ EN 1736:2005, ДСТУ EN 1861:2005, ДСТУ EN 12946:2005 рядки:	01.10.2006	01.09.2007
ДСТУ ISO 7176-1:2005, ДСТУ ISO 7176-2:2005, ДСТУ ISO 7176-3:2005, ДСТУ ISO 7176-4:2005, ДСТУ ISO 7176-5:2005, ДСТУ ISO 7176-8:2005, ДСТУ ISO 7176-7:2005, ДСТУ ISO 7176-8:2005, ДСТУ ISO 7176-9:2005, ДСТУ ISO 7176-10:2005, ДСТУ ISO 7176-11:2005, ДСТУ ISO 7176-13:2005, ДСТУ ISO 7176-14:2005, ДСТУ ISO 7176-15:2005, ДСТУ ISO 7176-16:2005, ДСТУ ISO 13460:2005	01.07.2006	01.09.2007
Розділ «Позначення нормативних документів, що втратили чинність в Україні», рядок ДСТУ 2668-94, ДСТУ 3043-95	01.10.2006	01.08.2007
Розділ «Позначення міждержавних нормативних документів, що втратили чинність в Україні», рядок ГОСТ 30488-97 (EN 45013-89)	01.10.2006	01.09.2007

(ІПС № 4-2007)

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

НАСІННЯ ОЛІЙНИХ КУЛЬТУР
Визначення кислотності оліїСЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР
Определение кислотности маслаOILSEEDS
Determination of acidity of oils

Чинний від 2006–10–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює метод визначення кислотності олії в насінні олійних культур. Кислотність виражають переважно у вигляді кислотного числа або як умовно розраховану кислотність.

Примітка 1. Цей стандарт розроблено відповідно до ISO 660¹⁾.

Кислотність олії можна визначити у продукті, отриманому з чистого насіння і домішок або, за потреби, з чистого насіння і з домішок.

Цей метод не застосовний для бавовняного насіння з щільно прилеглим бавовняним лінтом і для плодів олійних пальм та оливок.

Примітка 2. У зв'язку з надзвичайно поганими результатами, отриманими під час проведення міжлабораторних випробувань насіння і плодів з високим вмістом лауринової кислоти (копра і пальмові ядра), застосування цього методу під час роботи з цим олійним насінням на сьогодні проблематичне.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи містять положення, які через посилання в цьому стандарті становлять положення цього стандарту. У разі датованих посилань пізніші зміни до будь-якого з цих видань або перегляд їх не застосовують. Однак учасникам угод, базованих на цьому стандарті, необхідно визначити можливість застосування найновіших видань нормативних документів. Члени IEC та ISO впорядковують каталоги чинних міжнародних стандартів.

ISO 542:1980 Oilseeds — Sampling

ISO 659:1988 Oilseeds — Determination of hexane extract (or light petroleum extract), called «oil content».

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 542:1980 Насіння олійних культур. Відбирання проб

ISO 659:1988 Насіння олійних культур. Визначення гексанового екстракту (або екстракту легкого петролейного ефіру), названого вмістом олії.

¹⁾ ISO 660:1983 Жири тваринні, рослинні та олії. Визначення кислотного числа і кислотності.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використовують такі терміни та їх визначення:

3.1 кислотне число (*acid value*)

Кількість міліграмів гідроксиду калію, яка необхідна для нейтралізації вільних жирних кислот, що містяться в 1 г олії

3.2 кислотність (*acidity*)

Умовне позначення відсоткового вмісту вільних жирних кислот.

Залежно від природи олії або жиру, кислотність виражають, як зазначено в таблиці 1.

Таблиця 1

Жир або олія	Виразимо в перерахунку на	Молекулярна маса, г/моль
Капрова олія, пальмоядрова олія і подібні олії з високим умістом лауринової кислоти	Лауринову кислоту	200
Усі інші жири і олії	Олеїнову кислоту	282

Якщо результат наведено просто як «кислотність» без подальшого уточнення, це означає, що кислотність зазначено в перерахунку на олеїнову кислоту.

4 ПРИНЦИП

Розчинення в суміші діетилового ефіру і етилового спирту олії, добутого для визначення «вмісту олії» насіння, потім титрування вільних жирних кислот етанольним розчином гідроксиду калію.

5 РЕАКТИВИ

Усі реактиви, використовувані під час роботи, повинні мати аналітичну чистоту, а використувана вода має бути здистильованою або еквівалентної чистоти.

5.1 Діетиловий ефір/етиловий спирт 95 % суміш 1:1 (за об'ємом).

ЗАСТОРОГА! Діетиловий ефір дуже легко загоряється і може утворювати вибухонебезпечні перекиси. Під час роботи з ним треба дотримуватися правил безпеки.

Нейтралізують суміш безпосередньо перед вживанням за допомогою спиртового розчину гідроксиду калію (5.2) за наявності 0,3 см³ індикатору (5.3) на 100 см³ цієї суміші.

Примітка. Якщо використання діетилового ефіру неможливе, застосовують суміш етилового спирту з толуолом. За потреби етиловий спирт можна замінити 2-пропанолом.

5.2 Гідроксид калію, стандартний розчин у 95 % етилового спирті (за об'ємом), $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ або, за потреби, $c(\text{KOH}) = 0,5$ моль/дм³ (див. примітку 2 до 8.3).

Точну концентрацію визначають і виправляють безпосередньо перед використанням. Застосовують розчин, приготований не більше ніж за 5 днів до аналізування, дають йому відстоятися в скляній пляшці, щільно закритій гумовою пробкою. Розчин має бути безбарвним або солом'яно-жовтим.

Примітка. Безбарвний стійкий розчин гідроксиду калію готують таким чином. Кип'ятять протягом 1 год у посудині зі зворотним холодильником 1000 см³ етилового спирту з 8 г гідроксиду калію і 0,5 г алюмінієвої стружки. негайно дистильють. Розчиняють необхідну кількість гідроксиду калію в дистилаті. Дають постояти кілька днів і відокремлюють чистий поверхневий шар рідини від осаду, що являє собою карбонат калію.

Цей розчин можна також приготувати без дистилляції таким чином. Додають 4 см³ бутилату алюмінію до 1000 см³ етилового спирту і залишають суміш постояти кілька днів. Відокремлюють верхній шар рідини і розчиняють у ній необхідну кількість гідроксиду калію. Отриманий розчин придатний до застосування.

5.3 Фенолфталеїн, розчин індикатору, 10 г/дм³ у 95 % розчині етилового спирту (за об'ємом) або лужний блакитний 6В (для дуже забарвлених масел), розчин індикатору, 20 г/дм³ у 95 % розчині етилового спирту (за об'ємом).

6 АПАРАТУРА

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема таке:

6.1 Апаратура, необхідна для проведення екстракції олії (ISO 659).

6.2 Бюретка, місткістю 10 см³ з ціною поділки 0,05 см³.

6.3 Терези аналітичні.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб виконують згідно з ISO 542.

8 ПРОЦЕДУРА

8.1 Екстракція

Екстракцію проводять негайно після підготування зразка за методикою, описаною в ISO 659.

8.2 Проба для аналізування

Для аналізування проби беруть весь отриманий екстракт, зважений з точністю до міліграма. Визначання (8.3) проводять відразу після зважування.

8.3 Визначання

Розчиняють пробу для аналізування (8.2) в (50—150) см³ заздалегідь нейтралізованою сумішшю діетиловий ефір/етиловий спирт (5.1).

Титрують, весь час перемішуючи розчином гідроксиду калію (5.2) з концентрацією 0,1 моль/дм³ в етиловому спирті до зміни забарвлення індикатора (рожеве забарвлення фенолфталеїну або червоне забарвлення луку синього 6В, що не зникає протягом 10 с).

Примітка 1. Стандартний етанольний розчин гідроксиду калію (5.2) можна замінити водними розчинами гідроксиду калію або гідроксиду натрію, якщо об'єм долитої води не призводить до відокремлення фаз.

Примітка 2. Якщо об'єм 0,1 моль/дм³ розчину гідроксиду калію, що пішов на титрування, перевищує 10 см³, використовують 0,5 моль/дм³ розчин.

Примітка 3. Якщо розчин під час титрування мутніє, тоді для отримання прозорого розчину додають необхідну кількість розчину суміші діетиловий ефір/етиловий спирт (5.1).

Примітка 4. Для дуже забарвлених олій застосовують переважно потенціометричний метод, описаний у ISO 660.

8.4 Кількість визначань

Виконують два визначання на тому самому зразку.

9 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Метод обчислювання

9.1.1 Обчислювання кислотного числа

Рекомендовано результат аналізування виражати у вигляді кислотного числа (3.1).

Кислотне число обчислюють за формулою:

$$\frac{V \cdot c \cdot 56,1}{m} \quad (1)$$

де V — об'єм розчину гідроксиду калію (8.3), см³;

c — точна концентрація використаного стандартного розчину гідроксиду калію, моль/дм³;

m — маса випробовуваної проби (8.2), г;

56,1 — молекулярна маса гідроксиду калію, г/моль.

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне двох визначань (8.4).

Результат записують з точністю до 0,01.

9.1.2 Обчислювання стандартної кислотності

Кислотність визначають за результатами, отриманими під час обчислювання кислотного числа.

Кислотність, виражена масовою часткою у відсотках, дорівнює:

$$V \cdot c \cdot \frac{M}{1000} \cdot \frac{100}{m} = \frac{V \cdot c \cdot M}{10 \cdot m} \quad (2)$$

де M — молекулярна маса кислоти, прийнятої для обчислювання результату, г/моль (див. таблицю 1); V , c та m мають ті самі значення, що описані в 9.1.1.

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне двох визначень (див. 8.4). Результат записують з точністю до 0,01.

9.1.3 *Варіант роздільного визначання олії з чистого насіння або з домішок*

Якщо проводять визначання кислотності олії з домішок, олію по можливості екстрагують з 10 г домішок.

Кислотне число і кислотність олії насіння розраховують за такими формулами:

а) кислотне число:

$$\frac{a_1 W_{x1} W_{h1} + a_2 W_{x2} W_{h2}}{W_{x1} W_{h1} + W_{x2} W_{h2}} \quad (3)$$

б) кислотність, у відсотках

$$\frac{W_{p1} W_{x1} W_{h1} + W_{p2} W_{x2} W_{h2}}{W_{x1} W_{h1} + W_{x2} W_{h2}} \quad (4)$$

де a_1 — кислотне число олії з чистого насіння;

a_2 — кислотне число олії з домішок;

W_{h1} — масова частка олії з чистого насіння, %;

W_{h2} — масова частка олії з домішок, %;

W_{p1} — кислотність олії з чистого насіння, %;

W_{p2} — кислотність олії з домішок, %;

W_{x1} — масова частка чистого насіння в матеріалі, який аналізують, %;

W_{x2} — масова частка дрібної і олійної домішки в матеріалі, який аналізують, %.

Для насіння арахісу:

W_{h2} — масова частка олії в загальній кількості дрібних домішок (дрібні олійні і неолійні домішки) і інших домішок, %;

W_{x1} — масова частка чистого насіння (без борошна), %;

W_{x2} — масова частка дрібної і інших домішок, %.

9.2 Точність

Статистичні результати (визначені згідно з положеннями ISO 5725¹⁾) були отримані внаслідок проведення двох міжнародних міжлабораторних випробувань, що охоплюють відповідно 14 лабораторій, кожна з яких проводила два визначання (№ 1), і 18 лабораторій, кожна з яких проводила три визначання (№ 2), і наведені в таблиці 2.

Таблиця 2 — Результати кислотних чисел

Зразок	Пісок V_1		Соняшник		Соя	
	Міжлабораторне випробування		Міжлабораторне випробування		Міжлабораторне випробування	
	№ 1	№ 2	№ 2	№ 1	№ 1	№ 2
Кількість лабораторій, результатів яких були враховані	13	18	18	12	13	16
Середнє значення	0,98	1,55	1,44	2,26	1,82	1,96

¹⁾ ISO 5725:1986 Точність аналітичних методів. Визначання збіжності і відтворності стандартних аналітичних методів за допомогою міжлабораторних випробувань.

Кінець таблиці 2

Зразок	Ріпак		Сояшиник		Соя	
	Міжлабораторне випробовування		Міжлабораторне випробовування		Міжлабораторне випробовування	
	№ 1	№ 2	№ 2	№ 1	№ 1	№ 2
Стандартний відхил збіжності, s_r	0,06	0,09	0,09	0,12	0,07	0,20
Коефіцієнт варіації збіжності	6,0 %	5,8 %	6,4 %	5,5 %	3,7 %	10,3 %
Межа збіжності, $2,83 s_r$	0,17	0,25	0,26	0,35	0,19	0,57
Стандартний відхил відтворності, s_R	0,17	0,40	0,43	0,70	0,43	0,43
Коефіцієнт варіації відтворності	18 %	26 %	30 %	31 %	24 %	22 %
Межа відтворності, $2,83 s_R$	0,48	1,14	1,23	1,98	1,22	1,21

10 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

У протоколі зазначають використаний метод і отримані результати, що чітко показують використаний метод подання і відповідність результатів випробувань олій, отриманих з початкового насіння або олій з чистого насіння. У ньому також вказують умови проведення аналізування, не обумовлені даним стандартом або факультативні, а також випадковість, яка могла б вплинути на результат.

У протоколі повинні бути відображені всі деталі, необхідні для повної ідентифікації проби.

УКНД 67.200.20

Ключові слова: сільськогосподарські продукти, олійне насіння, хімічний аналіз, визначання вмісту, кислотність.

Редактор О. Чихман
Технічний редактор О. Касіч
Коректор Т. Нагорна^А
Верстальник Р. Дученко

Підписано до друку 20.03.2007. Формат 60 x 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. *502* Ціна договірна.

Відділ редагування нормативних документів ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2