



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران

۴۱۷۸

تجدیدنظر دوم

۱۴۰۰

INSO

4178

2nd Revision

2022

Identical with:
ISO 660: 2020

روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی -
اندازه‌گیری عدد اسیدی و اسیدیته

Animal and vegetable fats and oils—
Determination of acid value and acidity

ICS: 67.200.10

استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۷۸ (تجدیدنظر دوم): سال ۱۴۰۰

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج- شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standards Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel:+ 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: [standard@ inso. gov.ir](mailto:standard@inso.gov.ir)

Website:<http://www.inso.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران، مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادهای سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین‌شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، گروه بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۴ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گران‌بها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی - اندازه‌گیری عدد اسیدی و اسیدیته»

رئیس:

بابانژاد آریمی، اسماعیل
(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

طبری نیا، فرزانه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امیرحسینی، شهرزاد
(کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)

پژوهشگاه استاندارد - پژوهشکده صنایع غذایی و فرآورده‌های
کشاورزی

تفضلی، رضا
(کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)

مجمع کارخانجات روغن نباتی کشت و صنعت شمال
(سهامی خاص)

حبیبی، سونا
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان کرمانشاه

حجازیان، سیدرضا
(دکتری تخصصی علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان مازندران

ساداتی، سید محمدرضا
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرکت فراآوری سبوس مازند (سهامی خاص)

طبری نیا، هاجر
(کارشناسی ارشد مهندسی بهداشت محیط)

دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی بابل

غیبی پنبه‌زاری، محبوبه
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرکت سیمیا پرتو ویستا زیست (سهامی خاص)

کاظم‌زاده، مزدا
(کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)

انجمن صنفی صنایع روغن نباتی ایران

مداح، پیروش
(کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد مازندران - اداره استاندارد شهرستان نوشهر

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

نانوازاده، سارا

(کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)

نوحی، ساناز

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

شرکت توسعه کشت دانه‌های روغنی (سهامی خاص)

اداره کل استاندارد استان مازندران

ویراستار:

مسیبی، مهدیس

(دکتری تخصصی علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان گلستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ واکنشگرها
۴	۶ وسایل
۵	۷ نمونه برداری
۵	۸ آماده سازی آزمایه
۵	۹ روش اجرای آزمون
۵	۹-۱ روش حلال سرد با استفاده از شناساگر (روش مرجع)
۶	۹-۲ روش حلال سرد با استفاده از عیارسنجی پتانسیومتری (روش مرجع)
۶	۹-۳ روش اتانول داغ با استفاده از شناساگر
۷	۱۰ محاسبه نتایج
۷	۱-۱۰ کلیات
۷	۲-۱۰ عدد اسیدی
۸	۳-۱۰ اسیدیته یا مقدار اسید چرب آزاد
۹	۱۱ دقت
۹	۱-۱۱ تکرارپذیری
۹	۲-۱۱ تجدیدپذیری
۹	۱۲ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (آگاهی دهنده) نتایج آزمون های بین آزمایشگاهی
۱۲	پیوست ب (آگاهی دهنده) مقایسه سه شناساگر رنگی
۱۴	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد «روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی - اندازه‌گیری عدد اسیدی و اسیدیته» که نخستین بار در سال ۱۳۷۵ تدوین و منتشر شد، براساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و هشتصد و پنجاه و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده‌های کشاورزی مورخ ۱۴۰۰/۱۱/۱۱ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدید نظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۷۸: سال ۱۳۹۰ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 660: 2020, Animal and vegetable fats and oils— Determination of acid value and acidity

روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی - اندازه‌گیری عدد اسیدی و اسیدیته

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین سه روش آزمون (دو روش عیارسنجی و یک روش پتانسیومتری) برای اندازه‌گیری اسیدیته در روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی است. اسیدیته ترجیحاً برحسب عدد اسیدی یا به جای آن، برحسب اسیدیته که با روش‌های رایج محاسبه می‌شود، بیان می‌گردد.

این استاندارد، برای روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی خام و تصفیه‌شده، اسیدهای چرب مورد استفاده در صابون یا اسیدهای چرب صنعتی کاربرد دارد.

این استاندارد، برای موم‌ها کاربرد ندارد.

این استاندارد، برای شیر و فرآورده‌های آن (یا چربی حاصل از شیر و فرآورده‌های آن) کاربرد ندارد.

از آنجاکه این روش‌های آزمون کاملاً غیر اختصاصی هستند، از آن‌ها نمی‌توان برای تمایز میان اسیدهای معدنی، اسیدهای چرب آزاد و سایر اسیدهای آلی استفاده کرد. بنابراین عدد اسیدی به‌دست آمده، شامل اسیدهای معدنی موجود در نمونه نیز هست.

در این استاندارد از واژه «چربی» به جای روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی استفاده می‌شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 385, Laboratory glassware— Burettes

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶: سال ۱۳۸۶، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بورت‌ها - ویژگی‌ها (تجدید نظر اول)، با استفاده از استاندارد ISO 385: 2005 تدوین شده است.

2-2 ISO 661, Animal and vegetable fats and oils— Preparation of test sample

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۲۶: سال ۱۳۹۰، روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی - آماده‌سازی آزمایش (تجدید نظر اول)، با استفاده از استاندارد ISO 661: 2003 تدوین شده است.

2-3 ISO 1042, Laboratory glassware— One-mark volumetric flasks

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ISO 1042: 1998 تدوین شده است.

2-4 ISO 3696, Water for analytical laboratory use— Specification and test methods

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون (تجدید نظر اول)، با استفاده از استاندارد ISO 3696: 1987 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود^۱:

۱-۳

عدد اسیدی

acid value

مقدار پتاسیم هیدروکسید مورد نیاز بر حسب میلی گرم برای خنثی سازی اسیدهای چرب آزاد موجود در یک گرم چربی، که مطابق با روش آزمون ارائه شده در این استاندارد، اندازه گیری می شود.

یادآوری - عدد اسیدی بر حسب میلی گرم بر گرم بیان می شود.

۲-۳

اسیدیته

acidity

مقدار اسیدهای چرب آزاد که مطابق با روش آزمون تعیین شده در این استاندارد، اندازه گیری می شود.

یادآوری - اسیدیته بر حسب درصد جرمی بیان می شود. اگر نتیجه اندازه گیری به عنوان اسیدیته بدون توضیحات اضافی بیان شود، منظور اسیدیته بر اساس مقدار اولئیک اسید است.

۴ اصول آزمون

نمونه در مخلوط حلال مناسب حل شده و اسیدهای موجود با محلول اتانولی یا متانولی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید عیارسنجی می شود.

روش‌های آزمون ارائه شده در زیربندهای ۹-۱ و ۹-۲، روش‌های مرجع هستند.

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org/ قابل دسترسی است.

۵ واکنشگرها

هشدار- به مقررات مربوط به جابه‌جایی مواد خطرناک توجه شود. اقدامات ایمنی فنی، سازمانی و فردی باید رعایت شود.

هنگام آزمون، به‌جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرهایی با درجه تجزیه‌ای مشخص استفاده کنید.

۱-۵ حلال A برای استفاده در مخلوط حلال (مطابق با زیربند ۵-۳)، اتانول با کسر حجمی تقریبی $\varphi \approx 96\%$.

برای جایگزین می‌توان از پروپان-۲-آل با کسر حجمی $\varphi \approx 99\%$ استفاده کرد.

۲-۵ حلال B برای استفاده در مخلوط حلال (مطابق با زیربند ۵-۳)، دی‌اتیل‌اتر، عاری از پراکسید برای جایگزین می‌توان از ترشیو-بوتیل‌متیل‌اتر، نفت سبک (محدوده جوش 40°C تا 60°C) یا تولوئن استفاده کرد.

هشدار- دی‌اتیل‌اتر بسیار قابل اشتعال است و ممکن است پراکسیدهای قابل انفجار تشکیل دهد. به همین دلیل، با احتیاط استفاده کنید.

۳-۵ مخلوط حلال، حجم‌های مساوی از حلال A (مطابق با زیربند ۵-۱) و حلال B (مطابق با زیربند ۵-۲) را با هم مخلوط کنید. کسر حجمی حلال A: $\varphi = 50\text{ ml}/100\text{ ml}$ ؛ کسر حجمی حلال B: $\varphi = 50\text{ ml}/100\text{ ml}$

برای چربی‌های سخت یا چربی‌های حیوانی، توصیه می‌شود از مخلوط یک حجم از حلال A (برای مثال ۲۵ ml) با سه حجم ترشیو-بوتیل‌متیل‌اتر یا تولوئن (برای مثال ۷۵ ml) استفاده کنید.

قبل از هر بار استفاده، مخلوط حلال را با افزودن محلول پتاسیم هیدروکسید در حضور 0.3 ml محلول شناساگر رنگی به ازای 100 ml مخلوط حلال، خنثی کنید.

برای عیارسنجی با محلول آبی پتاسیم هیدروکسید می‌توان از حلال پروپان-۲-آل استفاده کرد.

۴-۵ اتانول یا متانول، با کسر حجمی کمینه $\varphi = 95\%$

۵-۵ محلول استاندارد حجمی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید، تهیه شده در اتانول یا متانول غلظت سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید به ترتیب: 0.1 mol/l و 0.5 mol/l است. غلظت دقیق محلول سدیم هیدروکسید (یا محلول پتاسیم هیدروکسید) باید مشخص باشد و یا قبل از استفاده کنترل شود.

یادآوری- محلول اتانولی یا متانولی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید را می‌توان با محلول آبی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید جایگزین کرد، مشروط به این‌که حجم آب مورد استفاده منجر به جداسدن فازها نشود.

۵-۶ تیمول فتالئین (CAS number: 125-20-2) یا آبی قلیایی 6B^۱ (CAS number: 1324-76-1) محلول در اتانول با غلظت جرمی $\rho = 2\text{ g}/100\text{ ml}$ ، یا در صورت نبودن آن، فنل فتالئین (CAS number: 77-09-8) محلول در اتانول با غلظت جرمی $\rho = 1\text{ g}/100\text{ ml}$

فنل فتالئین به عنوان یک ماده سرطان‌زا، جهش‌زا یا سمی برای تولیدمثل (CMR)^۲ طبقه‌بندی می‌شود، اما تیمول فتالئین و آبی قلیایی اینگونه نیستند. فقط زمانی باید از فنل فتالئین استفاده شود که جایگزینی در دسترس نباشد.

برای چربی‌های تیره‌رنگ، باید از آبی قلیایی یا تیمول فتالئین استفاده شود.

یادآوری - یک آزمون آزمایشگاهی برای مقایسه سه شناساگر رنگی انجام شده است (به پیوست ب مراجعه کنید).

۵-۷ آب درجه 3، مطابق با استاندارد ISO 3696

۶ وسایل

لوازم معمول آزمایشگاهی و به‌ویژه وسایل زیر:

۶-۱ بورت، با گنجایش ۱۰ ml و زینه‌بندی ۰.۰۲ ml^۳ مطابق با استاندارد ISO 385، رده A^۴

۶-۲ بورت، با گنجایش ۲۵ ml و زینه‌بندی ۰.۰۵ ml مطابق با استاندارد ISO 385، رده A

۶-۳ ترازوی تجزیه‌ای، قابلیت خوانش با تقریب ۰.۰۰۱ g

۶-۴ دستگاه عیارسنجی خودکار^۵ (مجهز به الکتروود پتانسیومتری) یا پتانسیومتر

۶-۵ الکتروود ترکیبی pH^۶، برای عیارسنجی اسید/قلیا غیرآبی

۶-۶ بالن‌های حجم سنجی، با گنجایش ۱۰۰۰ ml مطابق با استاندارد ISO 1042، رده A

1- Alkali blue

2- Carcinogenic, Mutagenic, Toxic to reproduction

3- Graduated in 0,02 ml

4- Class A

5- Automatic titration apparatus

6- Combined pH electrode

۷ نمونه برداری

نمونه ارسال شده به آزمایشگاه باید نماینده مناسبی از کل محموله باشد. نمونه حین جابه جایی و نگهداری نباید آسیب دیده یا تغییر کرده باشد.

این استاندارد، روش نمونه برداری را شامل نمی شود. روش نمونه برداری توصیه شده در استاندارد ISO 5555 آمده است.

۸ آماده سازی آزمایش^۱

آماده سازی آزمایش را مطابق با استاندارد ISO 661 انجام دهید. اگر نمونه حاوی اسیدهای چرب فرار است، آزمایش، نباید گرم و صاف شود.

۹ روش اجرای آزمون

۹-۱ روش حلال سرد با استفاده از شناساگر (روش مرجع)

۹-۱-۱ براساس مقدار عدد اسیدی مورد انتظار، وزن آزمونه^۲ و غلظت قلیا را از جدول ۱ انتخاب کنید.

۹-۱-۲ آزمونه را مطابق با جدول ۱، در ارلن ۲۵۰ ml توزین کنید.

۹-۱-۳ مقدار ۵۰ ml تا ۱۰۰ ml مخلوط حلال خنثی شده (مطابق با زیربند ۵-۳) را اضافه کرده و آزمونه را حل کنید، در صورت لزوم آن را به آرامی گرم کنید.

برای نمونه هایی با نقطه ذوب بالا، از مخلوط اتانول-تولوئن استفاده کنید.

۹-۱-۴ پس از افزودن شناساگر (مطابق با زیربند ۵-۶)، با حرکت چرخشی مداوم محلول، عیارسنجی را با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید (مطابق با زیربند ۵-۵) انجام دهید. نقطه پایانی عیارسنجی، وقتی است که با افزودن یک قطره قلیا، تغییر رنگ جزئی و واضحی ایجاد شود که کمینه به مدت ۱۵ s پایدار است.

1- Test sample

2- Test portion

جدول ۱- وزن آزمونه و غلظت‌های قلیا (KOH یا NaOH)

درستی توزین آزمونه g	غلظت KOH یا NaOH mol/l	مقدار آزمونه g	عدد اسیدی تقریبی	گروه فرآورده (برای مثال)
۰/۰۵	۰/۱	۲۰	صفر تا ۱	روغن‌های گیاهی تصفیه‌شده چربی‌های حیوانی
۰/۰۲ ۰/۰۱	۰/۱ ۰/۱	۱۰ ۲/۵	۱ تا ۴ ۴ تا ۱۵	روغن‌های گیاهی خام چربی‌های حیوانی درجه صنعتی
۰/۰۰۱	۰/۱ ۰/۵	۰/۵ تا ۳/۰	۱۵ تا ۷۵	اسیدهای چرب مورد استفاده در صابون‌سازی
۰/۰۰۱	۰/۱ ۰/۵	۰/۲ تا ۱/۰	بیشتر از ۷۵	اسیدهای چرب صنعتی

۲-۹ روش حلال سرد با استفاده از عیارسنجی پتانسیومتری (روش مرجع)

۱-۲-۹ آزمونه را مطابق با جدول ۱، در بشر ۱۵۰ ml توزین کنید.

۲-۲-۹ مقدار ۵۰ ml تا ۱۰۰ ml مخلوط حلال خنثی‌شده (مطابق با زیربند ۵-۳) را اضافه کرده و آزمونه را حل کنید، در صورت لزوم، آن را به آرامی گرم کنید.
برای نمونه‌هایی با نقطه ذوب بالا، از مخلوط اتانول-تولون استفاده کنید.

۳-۲-۹ الکتروود ترکیبی را داخل مخلوط حلال بگذارید و آن را به دستگاه عیارسنجی خودکار وصل کنید.

۴-۲-۹ همزن را روشن کنید و پس از کمینه ۳۰ s هم‌زدن، در حالی که محلول را با سرعت ثابت هم‌می‌زنید، عیارسنجی را با استفاده از محلول سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید (مطابق با زیربند ۵-۵) انجام دهید.

۵-۲-۹ به محض رسیدن به نقطه هم‌ارزی^۱، مقدار محلول استاندارد استفاده‌شده را ثبت کنید.

۳-۹ روش اتانول داغ با استفاده از شناساگر

۱-۳-۹ تحت شرایط تعیین‌شده در این استاندارد، اسیدهای چرب با زنجیره کوتاه در صورت وجود، فرار هستند.

۲-۳-۹ براساس رنگ و عدد اسیدی مورد انتظار، مطابق با جدول ۱، مقدار کافی از آزمونه را در یک ارلن توزین کنید.

1-Equivalence point

۳-۳-۹ در یک ارلن دیگر، ۵۰ ml اتانول حاوی ۰/۵ شناساگر (مطابق با زیربند ۵-۶) را تا رسیدن به نقطه جوش حرارت دهید. درحالی که دمای اتانول هنوز بیش از ۷۰ °C است، آن را به دقت با محلول ۰/۱ mol/l سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید خنثی کنید.

نقطه پایانی عیارسنجی، وقتی است که با افزودن یک قطره قلیا، تغییر رنگ جزئی و واضحی ایجاد شود که کمینه به مدت ۱۵ s پایدار است.

برای چربی‌های تیره رنگ، ممکن است مقادیر بیشتری از اتانول و شناساگر مورد نیاز باشد. علاوه براین، برای چربی‌های تیره رنگ، باید از آبی قلیایی یا تیمول فتالین استفاده شود.

۴-۳-۹ اتانول خنثی شده را به ارلن حاوی آزمون اضافه کنید و کاملاً مخلوط کنید. محتویات ارلن را به جوش آورده و با محلول سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید عیارسنجی کنید و در هنگام عیارسنجی محتویات بالن را به شدت تکان دهید.

۱۰ محاسبه نتایج

۱-۱۰ کلیات

عدد اسیدی (w_{AV}) یا مقدار اسید چرب آزاد (w_{FFA}) به شکل زیر گزارش می‌شود:

الف- برای مقادیر بین صفر تا یک و شامل یک، با دو رقم اعشار؛

ب- برای مقادیر بین یک تا ۱۰۰ و شامل ۱۰۰، با یک رقم اعشار؛

پ- برای مقادیر بیشتر از ۱۰۰، بدون اعشار.

علاوه بر محاسبات زیر، مقدار تقریبی اسیدیته یا اسید چرب آزاد از فرمول ۱ محاسبه می‌شود:

$$w_{FFA} = 0,5 \times w_{AV} \quad (۱)$$

۲-۱۰ عدد اسیدی

عدد اسیدی (w_{AV}) برحسب کسر جرمی با فرمول ۲ محاسبه می‌شود:

$$w_{AV} = \frac{56,1 \times cV}{m} \quad (۲)$$

که در آن:

c غلظت دقیق محلول استاندارد حجمی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید مورد استفاده بر حسب مول بر لیتر است؛

V حجم محلول استاندارد حجمی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید مورد استفاده بر حسب میلی لیتر است؛
 m جرم آزمونه بر حسب گرم است.

۱۰-۳ اسیدیت یا مقدار اسید چرب آزاد

اسیدیت یا مقدار اسید چرب آزاد (w_{FFA}) بر حسب درصد کسر جرمی براساس نوع چربی (به جدول ۲ مراجعه کنید) با فرمول ۳ محاسبه می شود:

$$w_{FFA} = \frac{VcM \times 100}{1000 \times m} \quad (3)$$

که در آن:

V حجم محلول استاندارد حجمی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید مورد استفاده بر حسب میلی لیتر است؛

c غلظت دقیق محلول استاندارد حجمی سدیم هیدروکسید یا پتاسیم هیدروکسید مورد استفاده بر حسب مول بر لیتر است؛

M جرم مولی اسید انتخابی برای بیان نتایج (به جدول دو مراجعه کنید) براساس نوع چربی، بر حسب گرم بر مول است؛
 m جرم آزمونه بر حسب گرم است.

جدول ۲- اسید چرب انتخابی برای بیان اسیدیت

نوع چربی	بیان شده براساس	جرم مولی g/mol
روغن های نارگیل روغن هسته پالم و روغن های مشابه	لوریک اسید	۲۰۰
روغن پالم	پالمیتیک اسید	۲۵۶
روغن هایی از چلیپائیان ^۱ خاص ^۲	اروسیک اسید	۳۳۸
سایر چربی ها	اولئیک اسید	۲۸۲
۱- Cruciferae ۲- در مورد روغن کلزایی که بیشینه مقدار اروسیک اسید در آن ۵٪ است، اسیدیت باید براساس اولئیک اسید بیان شود. یادآوری - اگر نتیجه آزمون به عنوان «اسیدیت» بدون توضیح اضافی دیگر گزارش شود، به صورت قراردادی اولئیک اسید در نظر گرفته می شود. اگر نمونه حاوی اسیدهای معدنی باشد، به صورت قراردادی اسید چرب در نظر گرفته می شوند.		

۱۱ دقت

جزئیات آزمون‌های بین‌آزمایشگاهی در پیوست الف آمده است. مقادیر به‌دست‌آمده از این آزمون‌های بین‌آزمایشگاهی را نمی‌توان برای سایر گستره‌های غلظت و ماتریکس‌ها، به‌جز در موارد ذکرشده، به‌کار برد.

۱-۱۱ تکرارپذیری

اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل که با روش یکسان بر روی یک ماده و در یک آزمایشگاه، توسط یک آزمون‌کننده و با استفاده از همان تجهیزات در یک بازه زمانی کوتاه به‌دست آمده‌است، نباید در بیش از ۵٪ موارد، از مقادیر ذکرشده در جدول‌های الف-۱ تا الف-۳ بیشتر باشد.

۲-۱۱ تجدیدپذیری

اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل که با روش یکسان بر روی یک ماده، در دو آزمایشگاه توسط دو آزمون‌کننده و با استفاده از تجهیزات متفاوت به‌دست آمده‌است، نباید در بیش از ۵٪ موارد، از مقادیر ذکر شده در جدول‌های الف-۱ تا الف-۳ بیشتر باشد.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- همه اطلاعات موردنیاز برای شناسایی کامل نمونه؛

ب- ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

پ- روش آزمون مورد استفاده «روش حلال سرد با استفاده از شناساگر» یا «روش حلال سرد با استفاده از عیارسنجی پتانسیومتری» یا «روش اتانول داغ با استفاده از شناساگر»

ت- نتیجه به‌دست آمده، روش بیان مورد استفاده به‌طور واضح؛

ث- سایر جزئیاتی که در این استاندارد تعیین نشده یا اختیاری بوده است؛

ج- تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

نتایج آزمون‌های بین‌آزمایشگاهی

دقت روش آزمون براساس بررسی‌های بین‌المللی انجام‌شده بر روی نتایج آزمون‌های بین‌آزمایشگاهی است. نتایج ارائه‌شده در جدول الف-۱ مربوط به روش‌های مرجع مطابق با زیربندهای ۱-۹ و ۲-۹ و نتایج ارائه‌شده در جدول‌های الف-۲ و الف-۳ مربوط به روش اتانول داغ مطابق با زیربند ۳-۹ هستند.

مجموعه‌ای از آزمون‌های بین‌آزمایشگاهی در آزمایشگاه‌های متعدد براساس روش‌های آزمون ارائه‌شده در زیربندهای ۱-۹ تا ۳-۹ انجام شد که نتایج آماری آنها در جدول‌های الف-۱ تا الف-۳ ارائه شده‌است (ارزیابی آماری مطابق با استاندارد ISO 5725:1986 و همه قسمت‌های استاندارد ISO 5725 انجام شده است).

جدول الف-۱- خلاصه نتایج آماری (عدد اسیدی، بیان‌شده براساس میلی‌گرم KOH در یک گرم چربی)

نمونه	روغن کلزا تصفیه شده	پیه خوک	روغن آفتابگردان خام	روغن زیتون بکر لامپانت	روغن جوانه گندم پرس سرد	اسیدهای چرب صنعتی
تعداد آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده، N	۲۶	۲۶	۲۶	۲۶	۲۶	۲۶
تعداد آزمایشگاه‌های باقی‌مانده بعد از حذف موارد خارج از محدوده، n	۲۵	۲۴	۲۶	۲۴	۲۳	۲۴
تعداد نتایج آزمون جداگانه روی هر نمونه در همه آزمایشگاه‌ها، n_z	۵۰	۴۸	۵۲	۴۸	۴۶	۴۸
میانگین، $\bar{w}_{AV}$ mg/ g ^a	۰٫۰۸۰	۰٫۳۸۱	۱٫۳۹	۵٫۴۸	۷٫۴۸	۱۲۸٫۱
انحراف استاندارد تکرارپذیری، s_r ، mg/ g ^a	۰٫۰۰۳	۰٫۰۰۶	۰٫۰۰۴	۰٫۰۰۷	۰٫۰۰۸	۰٫۰۰۶
ضریب تغییرات تکرارپذیری، $C_{V,r}$ ، %	۳٫۶	۱٫۷	۲٫۶	۱٫۲	۱٫۱	۰٫۴
حد تکرارپذیری، r ، ($s_r \times 2,8$)، mg/ g ^a	۰٫۰۰۸	۰٫۰۱۸	۰٫۱۰	۰٫۱۹	۰٫۲۳	۱٫۶
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، s_R ، mg/ g	۰٫۰۱۸	۰٫۰۱۹	۰٫۰۵	۰٫۱۵	۰٫۴۰	۲٫۶
ضریب تغییرات تجدیدپذیری، $C_{V,R}$ ، %	۲۲٫۲	۵٫۰	۳٫۶	۲٫۷	۵٫۳	۲٫۱
حد تجدیدپذیری، R ، ($s_R \times 2,8$)، mg/ g ^a	۰٫۰۴۹	۰٫۰۵۳	۰٫۱۴	۰٫۴۱	۱٫۱۲	۷٫۴

^a داده‌های دقت برای اسیدیته را می‌توان برحسب درصد اسیدهای چرب آزاد، با تقسیم‌کردن مقادیر معادل عدد اسیدی در جدول بر ۱٫۹۹ محاسبه کرد.

جدول الف-۲- خلاصه نتایج آماری (اسیدیته، بیان شده براساس درصد کسر جرمی)

نمونه	روغن زیتون فرابکر	روغن زیتون بکر لامپانت	روغن زیتون	روغن آفتابگردان	روغن نارگیل
تعداد آزمایشگاه‌های مشارکت کننده، N	۳۹	۲۸	۲۸	۳۷	۲۳
تعداد آزمایشگاه‌های باقی مانده بعد از حذف موارد خارج از محدوده، n	۳۷	۲۶	۲۴	۳۷	۲۵
تعداد نتایج آزمون جداگانه روی هر نمونه در همه آزمایشگاه‌ها، n_z	۷۴	۵۲	۴۸	۷۴	۴۴
میانگین، $\bar{w}_{FFA}$ ، درصد کسر جرمی	۰/۳۴۳	۲/۸۰	۱۹/۵۵	۰/۶۰۴	۰/۸۳۰
انحراف استاندارد تکرارپذیری، s_r ، %	۰/۰۰۷	۰/۰۳	۰/۰۹	۰/۰۱۲	۰/۰۰۹
ضریب تغییرات تکرارپذیری، $C_{V,r}$ ، %	۱/۹	۰/۸	۰/۵	۱/۹	۱/۱
حد تکرارپذیری، r ، $(s_r \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۱۸	۰/۰۷	۰/۲۶	۰/۰۳۳	۰/۰۲۵
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، s_R ، %	۰/۰۱۹	۰/۱۲	۰/۶۰	۰/۰۳۵	۰/۰۲۷
ضریب تغییرات تجدیدپذیری، $C_{V,R}$ ، %	۵/۵	۳/۲	۳/۱	۵/۸	۳/۳
حد تجدیدپذیری، R ، $(s_R \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۵۳	۰/۳۳	۱/۶۷	۰/۰۹۸	۰/۰۷۵

جدول الف-۳- خلاصه نتایج آماری (اسیدیته، بیان شده براساس درصد کسر جرمی)

نمونه	روغن پالم	چربی هسته پالم	چربی هسته پالم	چربی هسته پالم	چربی هسته پالم
تعداد آزمایشگاه‌های مشارکت کننده، N	۱۲	۲۷	۴۱	۴۱	۲۳
تعداد آزمایشگاه‌های باقی مانده بعد از حذف موارد خارج از محدوده، n	۱۰	۲۷	۳۹	۴۰	۲۲
تعداد نتایج آزمون جداگانه روی هر نمونه در همه آزمایشگاه‌ها، n_z	۲۰	۵۴	۷۸	۸۰	۴۴
میانگین، $\bar{w}_{FFA}$ ، درصد کسر جرمی	۳/۱۱	۴/۰۹	۶/۴۶	۱/۷۲	۷/۲۶
انحراف استاندارد تکرارپذیری، s_r ، %	۰/۰۱	۰/۰۲۱	۰/۰۳	۰/۰۲	۰/۰۳
ضریب تغییرات تکرارپذیری، $C_{V,r}$ ، %	۰/۴	۰/۵	۰/۴	۰/۱	۰/۳
حد تکرارپذیری، r ، $(s_r \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۳	۰/۰۶	۰/۰۷	۰/۰۶	۰/۰۷
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، s_R ، %	۰/۱۶۱	۰/۰۶۴	۰/۰۸۲	۰/۰۷	۰/۰۸۵
ضریب تغییرات تجدیدپذیری، $C_{V,R}$ ، %	۵/۲	۱/۶	۱/۳	۴/۱	۱/۲
حد تجدیدپذیری، R ، $(s_R \times 2, 8)$ ، %	۰/۴۵	۰/۱۸	۰/۲۳	۰/۲۰	۰/۲۴

پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

مقایسه سه شناساگر رنگی

مجموعه‌ای از آزمون‌های بین‌آزمایشگاهی با استفاده از سه شناساگر رنگی پیشنهاد شده در زیربند ۹-۱ انجام شد که نتایج آماری آنها در جدول‌های ب-۱ تا ب-۳ ارائه شده‌است. مطالعه آماری، تفاوت معنی‌داری را بین این شناساگرهای رنگی نشان نداد.

جدول ب-۱- خلاصه نتایج آماری-روغن آفتابگردان تصفیه‌شده
(اسیدیته، بیان‌شده برحسب درصد کسر جرمی)

شناساگر رنگی	آبی قلیایی 6B	تیمول فتالئین	فنل فتالئین
تعداد نتایج آزمون جداگانه روی هر نمونه در همه آزمایشگاه‌ها، n_z	۱۲	۱۲	۱۲
میانگین، $\bar{W}_{FFA}$ ، درصد کسر جرمی	۰/۰۱	۰/۰۲	۰/۰۲
انحراف استاندارد تکرارپذیری، s_r ، %	۰/۰۰۰	۰/۰۰۴	۰/۰۰۸
ضریب تغییرات تکرارپذیری، $C_{V,r}$ ، %	۰/۰۰	۱۹/۶۵	۳۹/۳۱
حد تکرارپذیری، r ، $(s_r \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۰۰	۰/۰۱۱	۰/۰۲۲
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، s_R ، %	۰/۰۰۹	۰/۰۱۱	۰/۰۱۰
ضریب تغییرات تجدیدپذیری، $C_{V,R}$ ، %	۶۱/۷۵	۵۷/۰۵	۵۲/۷۵
حد تجدیدپذیری، R ، $(s_R \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۲۴	۰/۰۳۱	۰/۰۲۹

جدول ب-۲- خلاصه نتایج آماری-روغن فندق (اسیدیته، بیان‌شده برحسب درصد کسر جرمی)

شناساگر رنگی	آبی قلیایی 6B	تیمول فتالئین	فنل فتالئین
تعداد نتایج آزمون جداگانه روی هر نمونه در همه آزمایشگاه‌ها، n_z	۱۲	۱۲	۱۲
میانگین، $\bar{W}_{FFA}$ ، درصد کسر جرمی	۰/۷۲	۰/۷۷	۰/۷۶
انحراف استاندارد تکرارپذیری، s_r ، %	۰/۰۱۱	۰/۰۱۲	۰/۰۱۷
ضریب تغییرات تکرارپذیری، $C_{V,r}$ ، %	۱/۵۳	۱/۵۰	۲/۲۸
حد تکرارپذیری، r ، $(s_r \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۳۱	۰/۰۳۲	۰/۰۴۸
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، s_R ، %	۰/۰۲۹	۰/۰۲۳	۰/۰۳۵
ضریب تغییرات تجدیدپذیری، $C_{V,R}$ ، %	۳/۹۸	۳/۰۳	۴/۵۸
حد تجدیدپذیری، R ، $(s_R \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۸	۰/۰۶۵	۰/۰۹۷

جدول ب-۲- خلاصه نتایج آماری-روغن پالم (اسیدیته، بیان شده برحسب درصد کسر جرمی)

شناساگر رنگی	آبی قلیایی 6B	تیمول فتالئین	فنل فتالئین
تعداد نتایج آزمون جداگانه روی هر نمونه در همه آزمایشگاه ها، n_z	۱۲	۱۲	۱۲
میانگین، $\bar{w}_{FFA}$ ، درصد کسر جرمی	۰/۱۳	۰/۱۴	۰/۱۴
انحراف استاندارد تکرارپذیری، s_r ، %	۰/۰۰۷	۰/۰۰۲	۰/۰۰۷
ضریب تغییرات تکرارپذیری، $C_{V,r}$ ، %	۵/۵۳	۱/۳۶	۴/۸۲
حد تکرارپذیری، r ، $(s_r \times 2, 8)$ ، %	۰/۲۰	۰/۰۰۵	۰/۰۱۹
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، s_R ، %	۰/۰۱۳	۰/۰۰۸	۰/۰۱۷
ضریب تغییرات تجدیدپذیری، $C_{V,R}$ ، %	۱۰/۰۴	۵/۶۲	۱۱/۶۹
حد تجدیدپذیری، R ، $(s_R \times 2, 8)$ ، %	۰/۰۳۷	۰/۰۲۲	۰/۰۴۷

کتابنامه

- [1] ISO 1740, Milkfat products and butter— Determination of fat acidity (Reference method)

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۵۷: سال ۱۳۸۷، فرآورده‌های چربی شیر و کره- تعیین اسیدیته چربی (روش مرجع) با استفاده از ISO 1740: 2004 تدوین شده است.

- [2] ISO 5555, Animal and vegetable fats and oils — Sampling

- [3] ISO 5725:1986, Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests

- [4] ISO 5725 (all parts), Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۵۷۲۵: سال ۱۳۸۳، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری- قسمت اول: تعاریف و اصول کلی با استفاده از ISO 5725-1: 1994، استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۴، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری- قسمت دوم: روش پایه برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری روش اندازه‌گیری استاندارد با استفاده از ISO 5725-2:1994، استاندارد ملی ایران شماره ۳-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۳، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری- قسمت سوم: اندازه‌های دقت میانی یک روش اندازه‌گیری استاندارد با استفاده از ISO 5725-3:1994، استاندارد ملی ایران شماره ۴-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۹، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری- قسمت چهارم: روش‌های پایه برای تعیین صحت در یک روش اندازه‌گیری با استفاده از ISO 5725-4:1994 تدوین شده است.

- [5] IUPAC method 2.201, Determination of the acid value (A.V.) and the acidity