



TÜRK STANDARDI TASARISI

tst EN ISO 660

Ocak 2010

TS EN ISO 660/A1:2006 yerine

ICS 67.200.10

Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Asit sayısı ve asitlik tayini (ISO 660:2009)

Animal and vegetable fats and oils - Determination of acid value and acidity
(ISO 660:2009)

Corps gras d'origines animale et végétale
Détermination
de l'indice d'acide et de l'acidité
(ISO 660:2009)

Tierische und pflanzliche Fette und Öle
Bestimmung der
Säurezahl und der Azidität
(ISO 660:2009)

I. MÜTALAA
2014/95320

EN ISO 660:2009 standardının Türkçe tercümesidir.

TÜRK STANDARDLARI ENSTİTÜSÜ
Necatibey Caddesi No.112 Bakanlıklar/ANKARA

Milli Önsöz

- Bu standard; CEN tarafından onaylanan ve Ocak 2010 tarihinde TS EN ISO 660:2010 numaralı Türk standardı olarak kabul edilen EN ISO 660:2009 standardı esas alınarak, Türk Standardları Enstitüsü Gıda Tarım ve Hayvancılık İhtisas Kurulu'na bağlı K24: Gıda Teknik Komitesi marifetiyle Türkçeye tercüme edilmiş, TSE Teknik Kurulu'nun tarihli toplantısında kabul edilerek yayımına karar verilmiştir.
- Bu standard yayımlandığında TS EN ISO 660/A1:2006 yerini alır.
- CEN/CENELEC resmi dillerinde yayınlanan diğer standard metinleri ile aynı haklara sahiptir.
- Bu standardda kullanılan bazı kelime ve/veya ifadeler patent haklarına konu olabilir. Böyle bir patent hakkının belirlenmesi durumunda TSE sorumlu tutulamaz.

TS EN ISO 660: 2010 standardı, EN ISO 660: 2009 standardı ile birebir aynı olup, Avrupa Standardizasyon Komitesi'nin (CEN, Avenue Marnix 17 B-1000 Brussels) izniyle basılmıştır.

Avrupa Standardlarının herhangi bir şekilde ve herhangi bir yolla tüm kullanım hakları Avrupa Standardizasyon Komitesi (CEN) ve üye ülkelerine aittir. TSE kanalıyla CEN'den yazılı izin alınmaksızın çoğaltılamaz.

Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Asit sayısı ve asitlik tayini (ISO 660:2009)

Animal and vegetable fats and oils - Determination of acid value and acidity (ISO 660:2009)

Corps gras d'origines animale et végétale -
Détermination
de l'indice d'acide et de l'acidité
(ISO 660:2009)

Tierische und pflanzliche Fette und Öle -
Bestimmung der
Säurezahl und der Azidität
(ISO 660:2009)

Bu Avrupa Standardı CEN tarafından 20 Mart 2009 tarihinde kabul edilmiştir.

CEN üyeleri, bu Avrupa Standardına hiçbir değişiklik yapmaksızın ulusal standard statüsü veren koşulları öngören CEN/CENELEC İç Yönetmeleri'ne uymak zorundadırlar. Bu tür ulusal standartlarla ilgili güncel listeler ve bibliyografik atıflar, CEN-CENELEC Yönetim Merkezi'ne veya herhangi bir CEN üyesine başvurarak elde edilebilir.

Bu Avrupa Standardı, üç resmi dilde (İngilizce, Fransızca, Almanca) yayınlanmıştır. Başka herhangi bir dile tercümesi, CEN üyesinin sorumluluğundadır ve resmi sürümleri ile aynı statüde olduğu CEN-CENELEC Yönetim Merkezi'ne bildirilir.

CEN üyeleri sırasıyla, Almanya, Avusturya, Belçika, Bulgaristan, Büyük Britanya, Çek Cumhuriyeti, Danimarka, Estonya, Finlandiya, Fransa, Hollanda, İrlanda, İspanya, İsveç, İsviçre, İtalya, İzlanda, Kıbrıs (Güney Kıbrıs Rum Yönetimi), Letonya, Litvanya, Lüksemburg, Macaristan, Malta, Makedonya, Norveç, Polonya, Portekiz, Romanya, Slovakya, Slovenya ve Yunanistan'ın milli standard kuruluşlarıdır.



AVRUPA STANDARDİZASYON KOMİTESİ
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

Yönetim Merkezi: Avenue Marnix 17, B-1000 Brussels

İçindekiler

Sayfa

Önsöz.....	3
------------	---

Önsöz

Bu standard, CEN/TC 307 "Oilseeds, vegetable and animal fats and oils and their by-products - Yağlı tohumlar, bitkisel ve hayvansal katı ve sıvı yağlar ve bunların yan ürünleri" Teknik Komitesi tarafından hazırlanmış, CEN tarafından 20.05.2009 tarihinde onaylanmış ve Türk Standardları Enstitüsü Teknik Kurulu'nun 19.01.2010 tarihli toplantısında Türk Standardı olarak kabul edilerek yayımına karar verilmiştir .

Bu standardın bazı unsurları patent haklarına konu olabilir. Böyle bir patent hakkının belirlenmesi durumunda CEN [ve/veya CENELEC] sorumlu tutulamaz.

Bu standard, TS 1605 ISO 660:1997/T1; TS EN ISO 660/A1:2006 standardının yerini alır.

CEN/CENELEC İç Tüzüklerine göre, bu Avrupa Standardının ulusal standart olarak uygulamaya alınmasından sorumlu ulusal standart kuruluşlarının ülkeleri sırasıyla; Almanya, Avusturya, Belçika, Birleşik Krallık, Bulgaristan, Çek Cumhuriyeti, Danimarka, Estonya, Finlandiya, Fransa, Hollanda, İrlanda, İspanya, İsveç, İsviçre, İtalya, İzlanda, Kıbrıs (Güney Kıbrıs Rum Yönetimi), Letonya, Litvanya, Lüksemburg, Macaristan, Malta, Norveç, Polonya, Portekiz, Romanya, Slovakya, Slovenya ve Yunanistan'dır.

ULUSLARARASI
STANDARD
INTERNATIONAL
STANDARD

ISO
660

**Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Asit
sayısı ve asitlik tayini**

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

*Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination
de l'indice d'acide et de l'acidité*

Referans Numarası
ISO 660: 2009 (E)

© ISO 2012

**TELİF HAKKI KORUMALI DOKÜMAN**

© ISO 2009

Tüm hakları saklıdır. Aksi belirtilmedikçe, bu yayının herhangi bir bölümü herhangi bir şekilde ya da fotokopi ve mikrofilm dahil aşağıda adresi verilen ISO'dan yazılı izin alınmaksızın ya da dokümanı talep edenin ülkesindeki ISO üyesinin yazılı izni olmaksızın elektronik veya mekanik herhangi bir yolla çoğaltılamaz ya da kullanılamaz.

ISO Telif Ofisi
Case postale 56 □ CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Faks + 41 22 749 09 47
e-posta: copyright@iso.org
Web www.iso.org

İsviçre'de basılmıştır.
© ISO 2009 – Tüm hakları saklıdır.

İçindekiler

	Sayfa
Önsöz	3
1 Kapsam.....	4
2 Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar	4
3 Terimler ve tarifler	4
4 İlke	4
5 Reaktifler	4
6 Cihaz ve malzemeler	5
7 Numune alma	6
8 Deney numunesinin hazırlanması.....	6
9 İşlem.....	6
10 Hesaplama	7
11 Kesinlik	8
12 Deney raporu.....	9
Ek A	10
(Bilgi için)	10
Kaynaklar.....	12

Önsöz

ISO (Uluslararası Standardizasyon Kuruluşu) ulusal standard kuruluşlarının (ISO ülke kuruluşları) dünya çapında federasyonudur. Uluslararası Standard hazırlama çalışması normalde ISO teknik komiteleri aracılığı ile yapılır. Teknik komitenin kurulmasını sağlayan konu ile ilgilenen her bir üyenin o teknik komitede temsil edilme hakkı vardır. ISO ile işbirliği içindeki resmi ya da hükümet dışı uluslararası kuruluşlar da, çalışmalarda yer alabilir. ISO, elektroteknik standardizasyonla ilgili tüm konularında Uluslararası Elektroteknik Komisyonu (IEC) ile yakın işbirliği içinde çalışır.

Uluslararası Standardlar, ISO/IEC Direktifleri Bölüm 2'de verilen kurallara uygun olarak kaleme alınır.

Teknik komitelerin ana görevi, Uluslararası Standard hazırlamaktır. Teknik komitelerin kabul ettiği Taslak Uluslararası Standardlar, oylama için üye ülke kuruluşlarına gönderilir. Bir Uluslararası Standardın yayınlanması için oy veren üye ülkelerin en az % 75'inin onayı gerekir.

Bu dokümanın bazı kısımlarının patent haklarına konu olabileceğine dikkat edilmelidir. Bu tür herhangi bir ya da tüm patent haklarının belirlenmesi durumunda ISO sorumlu tutulamaz.

ISO 660, ISO/TC 34 Gıda mamulleri teknik komitesi, SC 11 Bitkisel ve hayvansal katı ve sıvı yağlar alt komitesi tarafından hazırlanmıştır. Bu standardın üçüncü baskısı, teknik olarak revize edilmiş ikinci baskısını (ISO 660:1996) geçersiz kılar ve ikinci baskısının yerine geçer. Standardın bu baskısı ISO 660:1996/Amd.1:2003 tadilini de kapsamaktadır.

ULUSLARARASI STANDARD**ISO 4034: 2012 (E)****Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Asit sayısı ve asitlik tayini****1 Kapsam**

Bu standard, dokümanın bundan sonraki bölümlerinde yağlar şeklinde ifade edilecek olan bitkisel ve hayvansal katı ve sıvı yağlarda asitlik tayini için üç yöntemi (ikisi titrimetrik, biri potansiyometrik) kapsar. Asitlik tercihen asit sayısı ya da, yaygın olarak kullanılan yöntemle hesaplanır. Bu standard rafine ve ham bitkisel ve hayvansal katı veya sıvı yağlara, sabun yapısındaki yağ asitlerine veya teknik yağ asitlerine uygulanabilir. Söz konusu yöntemler mumsu maddelere uygulanamaz.

Söz konusu yöntemler tam olarak özel amaçlı olmamaları nedeniyle, mineral asitler, serbest yağ asitleri ve diğer organik asitlerin birbirinden ayrıştırılması amacıyla kullanılamazlar. Bu nedenle, asit sayısı ortamda bulunması muhtemel her türlü mineral asitleri de içermektedir.

2 Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar

Aşağıdaki atıf dokümanları, bu dokümanın uygulanması için zaruridir. Tarih belirtilen atıflarda, belirtilmiş olan baskı geçerlidir. Tarih belirtilmemiş atıflarda, atıf yapılan dokümanın en son baskısı (tadiller dahil) kullanılır.

ISO 661, Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample (Hayvansal ve Bitkisel katı ve sıvı yağlar-Analiz numunesinin hazırlanması)

ISO 3696, Water for analytical laboratory use-Specification and test methods (Su-Analitik laboratuvarında kullanılan-Özellikler ve deney metotları)

3 Terimler ve tarifler

Bu standardın amaçları bakımından, aşağıdaki terimler ve tarifler geçerlidir.

3.1 Asit sayısı

Bu standardda belirlenmiş olan yöntemle uygun olarak tespit edilen 1 gram yağda bulunan serbest yağ asitlerini nötralize etmek için gereken potasyum hidroksitin miligram olarak miktarı.

Not - Asit sayısı mg/g cinsinden ifade edilir.

3.2 Asitlik

Bu standardda belirlenmiş olan yöntemle göre tespit edilen serbest yağ asitleri içeriği.

Not - Asitlik kütlece yüzde olarak ifade edilir. İlave bir açıklama olmaksızın asitlik olarak tayin edilen sonucun, oleik asit cinsinden olduğu kabul edilir.

4 İlke

Deney numunesi uygun bir çözücü karışım içinde çözündürülür ve mevcut olan asitler, potasyum ya da sodyum hidroksitin metanol ya da etanollü solüsyonunda titre edilir.

Bu yöntemler 9.1 ve 9.2'de belirlenen referans yöntemlerdir

5 Reaktifler

UYARI — Tehlikeli maddelerin taşınmasını belirleyen yasal düzenlemeler dikkate alınmalıdır. Teknik, kurumsal ve kişisel güvenlik tedbirlerine uyulmalıdır.

Aksi belirtilmedikçe, yalnızca analitik saflıkta kabul görmüş reaktifler kullanılmalıdır.

5.1 Çözücü karışımı için çözücü A (5.3): hacim fraksiyonu $\varphi \approx \% 96$ etanol

Veya yerine, $\varphi \approx \% 99$ hacimce propan-2-ol kullanılabilir.

5.2 Çözücü karışım için çözücü B (5.3): peroksitsiz dietil eter.

Veya yerine, *tert*-butil metil eter, hafif petrol (40 °C - 60 °C kaynama aralığında) ya da tolüen kullanılabilir.

UYARI — Dietil eter çok yanıcıdır ve patlayıcı peroksitler oluşturabilir. Büyük bir dikkatle kullanılmalıdır.

5.3 Çözücü karışım, çözücü A ve B'den eşit hacimlerde karıştırılır, (Örneğin; $\varphi_A = 50$ ml/100 ml ve $\varphi_B = 50$ ml/100 ml).

Katı ya da hayvansal yağlarda, çözücü karışımın 1 hacim çözücü A'ya (Örneğin; 25 ml) 3 hacim *tert*-butil metil eter ya da tolüen (Örneğin; 75 ml) şeklinde olması önerilir.

Kullanımın hemen öncesinde, her 100 ml'lik çözücü karışıma, 0,3 ml'lik fenolftalein çözeltisi eşliğinde potasyum hidroksit çözeltisi ekleyerek nötralize edilir.

Su içeren KOH ile titrasyonda, çözücü propan-2-ol kullanılabilir.

5.4 Etanol veya metanol, en az $\varphi = \% 95$ (v/v).

5.5 Sodyum hidroksit ya da **potasyum hidroksit**, etanol ya da metanollü standard hacimli çözeltiler, madde derişim miktarı $\alpha(\text{NaOH})$ ya da $\alpha(\text{KOH}) = 0,1$ mol/L ve 0,5 mol/L. Derişim, standard hacimli HCL çözeltisi ile kontrol edilir.

NOT Etanollü/metanollü sodyum/potasyum hidroksit çözeltisi yerine, katılan suyun hacmi faz değişimine neden olmamak kaydıyla, sodyum/potasyum hidroksitin su içeren bir çözeltisi kullanılabilir.

5.6 Fenolftalein, etanol çözeltisinde kütle derişimi $\rho = 1$ g/100 mL.

5.7 Timolftalein, etanol çözeltisinde kütle derişimi $\rho = 2$ g/100 mL.

5.8 Alkali mavi 6B, etanol çözeltisinde kütle derişimi $\rho = 2$ g/100 mL.

Koyu renkli yağlarda, alkali mavi veya timolftalein kullanılmalıdır.

5.9 Su ISO 3696'ya uygun su, sınıf 3.

6 Cihaz ve malzemeler

Genel laboratuvar malzemeleri ve özellikle aşağıdakiler.

6.1 Buret, 10 mL hacimde, 0,02 mL taksimatlı, ISO 385^[1] sınıf A.

6.2 Buret, 25 mL hacimde, 0,05 mL hacimde, ISO 385^[1] sınıf A.

6.3 Analitik terazi, 0,001 g yaklaşımlı okuma yeterliğine sahip.

6.4 Otomatik titrasyon cihazı (potansiyometrik elektrot esaslı) ya da potansiyometre.

6.5 Birleşik pH elektrodu su içermeyen asit/baz titrasyonları için.

6.6 Hacimce taksimatlı şişeler, 1 000 ml hacimli, ISO 1042^[2] sınıf A.

7 Numune alma

Temsili bir numune laboratuvara gönderilmelidir. Numune, depolama ve taşıma süresince değişmemeli ve zarar görmemelidir. Numune alma bu standardda tanımlanan yöntemin bir parçası değildir. Önerilen bir numune alma yöntemi ISO 5555^[3]'de verilmiştir.

8 Deney numunesinin hazırlanması

Numunenin uçucu yağ asitleri içermesi durumu hariç, deney numunesi ISO 661'e uygun olarak hazırlanır. Deney numunesi uçucu yağ asitleri içeriyorsa; ısıtılmamalı ve filtre edilmemelidir.

9 İşlem

9.1 İndikatörle soğuk çözücü yöntem (Referans yöntem)

9.1.1 Asit sayısının beklenen büyüklüğüne bağlı olarak, Tablo 1'den alkali derişimi ve deney parçasının kütlesi seçilir.

9.1.2 Tablo 1'e göre 250 ml lik erlene, deney parçası tartılır.

9.1.3 50 ml ila 100 ml'lik nötralize çözücü karışımdan (5.3) eklenir, gerekmesi halinde hafif ısıtılmak suretiyle deney parçası çözündürülür.

Yüksek erime noktasına sahip numuneler için, etanol-tolüen karışımı kullanılır.

9.1.4 Bir indikatör (5.6, 5.7 ya da 5.8) eklenmesi sonrasında, standard potasyum hidroksit çözeltisi (5.5) kullanılarak sabit çalkalama ile titre edilir. Bir damla alkali eklendiğinde en az 15 saniye süren, hafif ancak kesin bir renk değişimi meydana geliyorsa; titrasyon sonlandırılır.

Çizelge 1 — Deney parçası kütleleri ve alkali derişimleri

Ürün grubu (örnekler)	Yaklaşık asit sayısı	Deney parçasının kütlesi g	KOH derişimi mol/l	Deney parçasının tartım hassasiyeti g
Rafine bitkisel yağlar Hayvansal yağlar	0-1	20	0,1	0,05
Ham bitkisel yağlar	1-4	10	0,1	0,02
Teknik sınıf hayvansal yağlar	4-15	2,5	0,1	0,01
Sabunun yapısındaki yağ asitleri	15-75	0,5 3	0,1 0,5	0,001
Teknik yağ asitleri	>75	0,2 1	0,1 0,5	0,001

9.2 Potansiyometrik titrasyonla soğuk çözücü yöntem (Referans yöntem)

9.2.1 Tablo 1'e uygun bir biçimde 150 ml'lik bir cam kaba, deney parçası tartılır.

9.2.2 50-100 ml'lik nötrale çözücü karışımdan (5.3) eklenir, gerekmesi halinde hafif ısıtılmak suretiyle numune çözülür.

Yüksek erime noktasına sahip numuneler için, etanol-tolüen karışımı kullanılır.

9.2.3 Elektrot çözücü karışıma daldırılır ve otomatik titrasyon cihazına bağlanır.

9.2.4 Karıştırıcı en az 30 saniye çalıştırdıktan sonra standard potasyum hidroksit çözeltisi (5.5) kullanılarak sabit çalkalama ile titre edilir.

9.2.5 Eşdeğer seviyeye ulaşıldığında, kullanılan standard çözeltinin miktarı kaydedilir.

9.3 İndikatörlü sıcak etanol yöntemi

9.3.1 Bu yöntemde belirtilen şartlar altında, varsa, kısa zincirli yağ asitleri uçucudur.

9.3.2 Tablo 1 'de gösterildiği gibi, renk ve beklenen asit sayısına göre, bir erlene deney numunesinden yeterli bir kütle tartılır.

9.3.3 İkinci bir erlende, 0,5 ml fenolftalein indikatörü ihtiva eden 50 ml etanol kaynayınca kadar ısıtılır. Etanolün sıcaklığı 70 ° C üzerinde iken, 0,1 mol / l sodyum ya da potasyum hidroksit çözeltisi ile dikkatli bir şekilde nötrale edilir.

Bir damla alkali eklendiğinde en az 15 saniye süren, hafif ancak kesin bir renk değişimi meydana geliyorsa; titrasyon sonlandırılır.

Koyu renkli yağlarda daha fazla miktarda etanol ve indikatöre gereksinim duyulabilir. Koyu renkli yağlarda ayrıca alkali mavisini ya da timolftalen kullanılmalıdır.

9.3.4 Birinci erlen içindeki deney parçasına nötrale edilen etanolden eklenir ve iyice karıştırılır. Erlen muhteviyatı kuvvetli bir şekilde çalkalanıp, sodyum ya da potasyum hidroksit çözeltisi ile titre edilir ve kaynama noktasına getirilir.

10 Hesaplama

Asit sayısı, w_{AV} , ya da serbest yağ asitleri içeriği, w_{FFA} , aşağıda belirtilen şekilde gösterilir;

- a) 0 - 1 arası değerler için iki ondalıklı;
- b) 1 - 100 arası değerler için bir ondalıklı;
- c) 100'den büyük değerler için tam sayılar şeklinde.

Yaklaşık serbest yağ asitleri içeriği (asitlik) aşağıda verilen diğer hesaplamalara ek olarak:

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

formülü ile hesaplanır.

10.1 Asit sayısı

m/m olarak ifade edilen asit sayısı, w_{AV}

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

w_{AV} formülü ile hesaplanır.

burada;

c kullanılan standard hacimli sodyum ya da potasyum hidroksit çözeltisinin mol/L cinsinden kesin derişimidir.

V kullanılan standard volumetrik sodyum ya da potasyum hidroksit çözeltisinin mililitre cinsinden hacmidir.

m deney parçasının gram olarak kütlesidir.

10.2 Asitlik ya da serbest yağ asitleri içeriği

Asitlik ya da serbest yağ asitleri içeriği, w_{FFA} , yağın tipine göre (bakınız Tablo 2) kütlece % m/m olarak gösterilir ve

w_{FFA} formülü ile hesaplanır.

burada;

V kullanılan standard hacimli sodyum ya da potasyum hidroksit çözeltisinin mililitre cinsinden hacmidir.

c kullanılan standard hacimli sodyum ya da potasyum hidroksit çözeltisinin mol/L cinsinden tam derişimidir.

M Yağ tipine göre (bakınız Tablo 2) seçilen asit için sonuç ifadesinin g/mol cinsinden molar kütlesidir.

m deney parçasının gram cinsinden kütlesidir.

Çizelge 2 — Asitlik ifadesi için yağ asitlerinin seçimi

Yağ tipi	İfade edilişi	Molar kütle g/mol
Hindistancevizi yağı Palm çekirdeği yağı ve benzeri yağlar	Laurik asit	200
Palm yağı	Palmitik asit	256
Belirli <i>Cruciferae</i> ^a (Turpgiller) familyasından elde edilen yağlar	Erusik asit	338
Diğer tüm yağlar	Oleik asit	282
^a Kolza tohumu yağının en çok % 5'lik bir erusik asit içeriğine sahip olması durumunda; asitlik, oleik asit olarak ifade edilir.		
NOT İlave bir açıklama olmaksızın sonuç sadece "asitlik" olarak bildirilmiş ise, bunun oleik asit olduğu kabul edilir. Numunenin mineral asitler içermesi halinde, bunların yağ asitleri olduğu kabul edilir.		

11 Kesinlik

Laboratuvarlar arası deneylerin detayları Ek A'da verilmiştir. Bu deneylerden elde edilen değerler, bu tabloda verilenlerin dışında kalan derişim aralıklarına ve matrislere uygulanamayabilir.

11.1 Tekrarlanabilirlik

Kısa bir zaman aralığında; aynı deney personeli tarafından, özdeş deney materyali üzerinde, aynı deney yöntemi ile aynı laboratuvarından elde edilen iki bağımsız deney sonucu arasındaki mutlak fark Tablo A1 – Tablo A3 arasında verilen değerleri, %5'den daha fazla aşmamalıdır.

11.2 Uyarılık

Farklı laboratuvarlarda, farklı deney personeli tarafından, özdeş deney materyali ve aynı deney yöntemi ile elde edilen iki bağımsız deney sonucu arasındaki mutlak fark Tablo A1 – Tablo A3 arasında verilen değerleri, %5'den daha fazla aşmamalıdır.

12 Deney raporu

Deney raporu asgari aşağıdaki bilgileri içermelidir:

- a) numunenin tam olarak tanımlanması için gerekli olan tüm bilgileri;
- b) bu standarda atıf;
- c) kullanılan yöntemin açık ifade edilmesi ve elde edilen deney sonucunu;
- d) bu standardda belirtilmemiş ya da isteğe bağlı olarak yapılan herhangi bir çalışma koşulu.

Ek A (Bilgi için)

Laboratuvarlar arası deney sonuçları

Yöntemin kesinliği uluslararası dayanakta laboratuvarlar arası çalışmaların bir sonucudur. 9.1 ve 9.2'deki referans yöntemler için sonuçlar Tablo A.1'de; sıcak etanol yöntemi (9.3) için sonuçlar Tablo A.2 ve Tablo A.3'de verilmiştir.

9.1'den 9.3'e tarif edilen deney yöntemlerini kullanarak farklı sayıda laboratuvarlar tarafından gerçekleştirilen bir seri laboratuvarlar arası deneyler Tablo A1 ile A3 arasındaki, istatistiki sonuçları [ISO 5725:1986^[4] and ISO 5725 (all parts)^[5], e göre değerlendirilmiştir] vermiştir.

Çizelge A.1 — İstatistiksel sonuçların özeti (asit sayısı, mg KOH/g yağ olarak gösterilmiştir)

Numune	Rafine kolza yağı	Hayvansal iç yağ	Ham ayçiçeği yağı	Yemeklik olmayan natürel zeytinyağı	Soğuk pres buğday ruşeym yağı	Teknik yağ asitleri
Katılan laboratuvar sayısı, N	26	26	26	26	26	26
Aykırı olanlar elendikten sonra kalan laboratuvar sayısı, n	25	24	26	24	23	24
Her numune üzerinde tüm laboratuvarların münferit deney sonuçlarının sayısı, n_z	50	48	52	48	46	48
Ortalama değer, \bar{x}_{AV}, mg/g^a	0,080	0,381	1,39	5,48	7,48	128,1
Tekrarlanabilirlik standard sapması, s_r , mg/g ^a	0,003	0,006	0,04	0,07	0,08	0,6
Tekrarlanabilirlik değişim katsayısı, $CV(r)$, %	3,6	1,7	2,6	1,2	1,1	0,4
Tekrarlanabilirlik sınırı, r ($s_r \times 2,8$), mg/g^a	0,008	0,018	0,10	0,19	0,23	1,6
Uyarlık sınırı standard sapması, s_R , mg/g ^a	0,018	0,019	0,05	0,15	0,40	2,6
Uyarlık sınırı değişim katsayısı, $CV(R)$, %	22,2	5,0	3,6	2,7	5,3	2,1
Uyarlık sınırı, R ($s_R \times 2,8$), mg/g^a	0,049	0,053	0,14	0,41	1,12	7,4

^a Serbest yağ asitlerinin yüzdesi olarak asitlik için kesinlik verileri; asit sayısı için karşılık gelen değerlerin 1,99'a bölünmesiyle hesaplanabilir.

Çizelge A.2 — İstatistiksel sonuçların özeti (asitlik, % m/m olarak gösterilmiştir)

Numune	Ekstra sızma zeytinyağı	Yemeklik olmayan natürel zeytinyağı		Zeytinyağı	Ayçiçek yağı	Hindistan cevizi yağı
Katılan laboratuvar sayısı, N	39	28	28	37	23	25
Aykırı olanlar elendikten sonra kalan laboratuvar sayısı, n	37	26	24	37	22	25
Her numune üzerinde tüm laboratuvarların münferit deney sonuçlarının sayısı, n_z	74	52	48	74	44	50
Ortalama değer, \bar{w}_{FFA}, % m/m	0,343	3,80	19,55	0,604	0,830	1,49
Tekrarlanabilirlik standard sapması, s_r , %	0,007	0,03	0,09	0,012	0,009	0,009
Tekrarlanabilirlik değişim katsayısı, $CV(r)$, %	1,9	0,8	0,5	1,9	1,1	0,6
Tekrarlanabilirlik sınırı, r ($s_r \times 2,8$), %	0,018	0,07	0,26	0,033	0,025	0,025
Uyarlık standard sapması, s_R , %	0,019	0,12	0,60	0,035	0,027	0,027
Uyarlık değişim katsayısı, $CV(R)$, %	5,5	3,2	3,1	5,8	3,3	1,8
Uyarlık sınırı, R ($s_R \times 2,8$), %	0,053	0,33	1,67	0,098	0,075	0,075

Çizelge A.3 — İstatistiksel sonuçların özeti (asitlik, % m/m olarak gösterilmiştir)

Numune	Palm yağı		Palm çekirdeği yağı		
Katılan laboratuvar sayısı, N	12	27	41	41	23
Aykırı olanlar elendikten sonra kalan laboratuvar sayısı, n	10	27	39	40	22
Her numune üzerinde tüm laboratuvarların münferit deney sonuçlarının sayısı, n_z	20	54	78	80	44
Ortalama değer, \bar{w}_{FFA}, % m/m	3,11	4,09	6,46	1,72	7,26
Tekrarlanabilirlik standard sapması, s_r , %	0,01	0,021	0,03	0,02	0,03
Tekrarlanabilirlik değişim katsayısı, $CV(r)$, %	0,4	0,5	0,4	0,1	0,3
Tekrarlanabilirlik sınırı, r ($s_r \times 2,8$), %	0,03	0,06	0,07	0,06	0,07
Uyarlık standard sapması, s_R , %	0,161	0,064	0,082	0,07	0,085
Uyarlık değişim katsayısı, $CV(R)$, %	5,2	1,6	1,3	4,1	1,2
Uyarlık limiti, R ($s_R \times 2,8$), %	0,45	0,18	0,23	0,20	0,24

Kaynaklar

- [1] ISO 385, Laboratuvar cam malzemeleri — Büretler
- [2] ISO 1042, Laboratuvar cam malzemeleri — Tek işaretli ölçülü balonlar
- [3] ISO 5555, Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar — Numune alma
- [4] ISO 5725:1986, Deney metotlarının kesinliği — Laboratuvararası testler ile standart bir test yönteminin tekrarlanabilirliği ve uyarlılığının tespiti
- [5] ISO 5725 (tüm bölümler), Ölçüm cihazlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik)
- [6] IUPAC metot 2.201, Asit sayısı (A.V.) ve asitliğin tespiti