



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۰۴۳



روغنها و چربیهای گیاهی و حیوانی - آزمون هالفن -  
روش آزمون

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران  
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی  
کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی)  
میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از  
کارشناسان مؤسسه، صاحبان مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی  
و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که

استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز

شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

### کمیسیون استاندارد روغنها و چربیهای گیاهی و حیوانی - آزمون هالفن - روش آزمون

رئیس	سمت یا نمایندگی
صفا فر، حامد (فوق لیسانس صنایع غذایی)	شرکت کشت و توسعه دانه های روغنی
اعضاء	
اسماعیلی، محمد (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	کارخانه روغن نباتی ناب
جامعی، محمد (دکترای شیمی)	کارخانه روغن نباتی کشت و صنعت شمال
حاجی طالب، علیرضا (لیسانس شیمی کاربردی)	کارخانه روغن نباتی جهان
حسن پور، محمد حسین (فوق لیسانس تغذیه)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران - مدیر کل غذایی و کشاورزی
داوودی، مسعود (لیسانس مهندسی شیمی)	کارخانه روغن نباتی جهان
دبیر سیاقی، مسعود (لیسانس شیمی)	شرکت صنعتی بهشهر
شابزاز، مهناز (فوق لیسانس تغذیه)	وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - اداره کل نظارت بر مواد غذایی و بهداشتی
شریفی، نصرت الله (دکترای پزشکی عمومی)	شرکت فراورده های روغنی فریکو
غفاری، فرحناز (فوق لیسانس تغذیه)	وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - آزمایشگاههای کنترل غذا و دارو
کریمانه، سیروس (لیسانس صنایع غذایی)	کارخانه روغن نباتی ناب
معدلت، رویا (فوق دیپلم صنایع غذایی)	وزارت صنایع و معادن

مهر پرور, محمد ابراهیم (فوق لیسانس صنایع غذایی)	روغن نباتی نرگس شیراز
یوسف زاده, هنگامه (لیسانس مهندسی کشاورزی و صنایع غذایی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
<b>دبیر</b>	
قلی پور, نوشین (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

## پیش گفتار

استاندارد روغنها و چربیهای خوراکی - هالفن - روش آزمون که پیش نویس آن در کمیسیونهای مربوطه تهیه و تدوین شده و در چهارصد و نهمین جلسه کمیته ملی استاندارد غذایی و کشاورزی مورخ ۱۴ / ۱۰ / ۸۲ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک این استاندارد به استناد بند ۱ ماه ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم مورد تجدید نظر قرار خواهد گرفت و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها برسد در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه واقع خواهد شد. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود .

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود .

منابع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

- ۱- "Halphen Test" ۲۰۰۰, ۲۵-۱ A.O.C.S Official Method Cb
- ۲- "Oil", ۲۰۰۰, ۰۲, ۸۹۷ A.O.A.C Official Method of Analysis (Cottonseed) in Oils ,Halphen Test
- ۳- "Fatty Acids", ۲۰۰۰, ۱۹, ۹۷۴ A.O.A.C Official Method of Analysis (Cyclopropene )in Oils ,Halphen Test
- ۴- BS ۶۸۴,Section ۲, ۲۹:۱۹۷۸ "Cottonseed Oil Test (Halphen)

مقدمه

اسیدهای چرب سیکلو پروپن موجود در خانواده تخم پنجه ،  
عامل ایجاد رنگ در آزمون هالفن هستند . لذا در این  
استاندارد روشهایی جهت شناسایی کیفی روغن تخم پنجه و  
اندازه گیری کمی اسیدهای چرب سیکلو پروپن تعیین و ارائه  
گردیده اند.

## روغنها و چربیهای گیاهی و حیوانی- آزمون هالفن - روش آزمون

### ۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین دوروش آزمون جهت  
شناسایی کیفی روغن تخم پنجه و تعیین مقدار اسید های چرب  
سیکلو پروپن در روغنها و چربیها می باشد .

### ۲ دامنه کاربرد

این استاندارد جهت شناسایی کیفی روغن تخم پنجه در  
روغنها و چربیهای گیاهی و حیوانی فراوری نشده و تعیین  
میزان اسیدهای چرب سیکلو پروپن در روغنها و چربی های  
خوراکی کاربرد دارد .

یادآوری های زیر برای روش شناسایی کیفی روغن تخم پنجه  
کاربرد دارند:

یادآوری ۱ - هیدروژنه کردن و حرارت دادن روغن شدت واکنش را در  
آزمون شناسایی کاهش می دهد و ممکن است به طور کلی مانع از انجام  
آن شود. به عنوان مثال گرم کردن روغن تخم پنجه به مدت ۱۰ دقیقه ،  
در دمای ۲۵۰ °C توانایی آن را در انجام واکنش از بین می برد .  
یادآوری ۲- روغن کاپوک<sup>۱</sup> و بائو باب<sup>۲</sup> به همان میزان روغن تخم پنجه  
و گاهی حتی بیشتر به این آزمون جواب مثبت می دهند . ضمناً چربیهای  
حیواناتی که از تخم پنجه تغذیه می کنند ممکن است به این آزمون  
جواب مثبت دهند .

### ۳ مراجع الزامی

مدارك الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این  
استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن  
مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود . در مورد  
مراجع دارای تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر ، اصلاحیه ها و  
تجدید نظر های بعدی این مدارک مورد نظر نیست . معهذا  
بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد ، امکان کاربرد  
آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظر های مدارک الزامی زیر را  
مورد بررسی قرار دهند . در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ  
و / یا تجدید نظر ، آخرین چاپ و / یا تجدید نظر آن  
مدارك الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است .

---

۱.Kapok

۲.Baobab

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

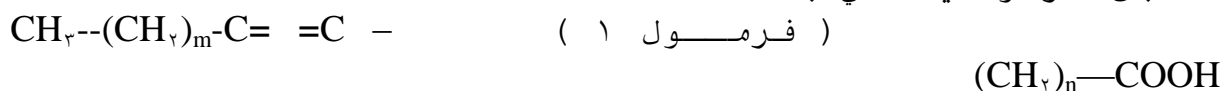
۳-۱- استاندارد ملی ایران ۳۲۲۶ : سال ۱۳۷۰ ، تهیه نمونه از چربیها و روغنهای حیوانی و نباتی .  
۳-۲- استاندارد ملی ایران ۴۹۳ : سال ۱۳۷۴ ، نمونه برداری و روشهای آزمون روغنها و چربیها .

## ۴ تعریف

در این استاندارد اصطلاحات و / یا واژه ها با تعاریف زیر به کار می رود :

### ۴-۱ اسید های چرب سیکلو پروپین

اسید های سیکلو پروپینوئید دارای ساختار گسترده شیمیایی مطابق فرمول یک می باشند :



اسید های سیکلو پروپینوئید مانند اسید های استر کو لیک و مالو الیک به مقادیر متفاوت در گلیسیرید های روغن پنبه دانه وجود دارند .

## ۵ اصول روش

### ۵-۱ شناسایی کیفی روغن تخم پنبه

در این آزمایش ، نمونه روغن در محلول معرف حل شده و حرارت داده می شود . اسیدهای سیکلوپروپینوئید که در گیاهان خانواده پنبه یافت می شوند با گوگرد موجود در محلول دی سولفید کربن- آمیل الکل واکنش داده و رنگ قرمز آلبالویی ایجاد می گردد .

### ۵-۲ اندازه گیری اسیدهای چرب سیکلو پروپین در روغنها و چربی های خوراکی

در این آزمایش ، نمونه را در مخلوط بوتانل و محلول ۱٪ گوگرد در دی سولفید کربن حل نموده و در مجاورت نور در یک لوله بسته حرارت می دهند . رنگدانه های<sup>۱</sup> هالفن تشکیل شده با روش طیف سنجی اندازه گیری می شوند .

## ۶ نمونه برداری

نمونه برداری باید طبق بند ۱۵-۳-۲ استاندارد ملی ایران ۴۹۳ : سال ۱۳۷۴ ، نمونه برداری و روشهای آزمون روغنها و چربیها ، انجام شود .

## ۷ روش آزمون

در این بخش روشهایی جهت شناسایی کیفی روغن تخم پنبه و اندازه گیری کمی اسیدهای چرب سیکلو پروپن تعیین و ارائه گردیده اند.

## ۱-۷ شناسایی کیفی روغن تخم پنبه

### ۱-۱-۷ مواد لازم:

کلیه مواد شیمیایی مورد استفاده باید دارای خلوص آزمایشگاهی<sup>۱</sup> و آب مصرفی باید آب مقطر باشد.

۱-۱-۱-۷ محلول معرف (گوگرد - دی سولفید کربن - آمیل الکل)

یک گرم گوگرد را در ۱۰۰ سانتیمتر مکعب دی سولفید کربن حل کنید و حجم معادل آن از آمیل الکل اضافه کنید (به یادآوری بند ۷-۱-۴-۲ رجوع کنید).

### ۲-۱-۷ وسایل لازم

۱-۲-۱-۷ لوله های آزمایش با ابعاد ۲۵×۲۵ میلی متر

۲-۲-۱-۷ حمام آب نمک اشباع یا حمام روغن که قادر به تنظیم دما °C ۱۱۰-۱۱۵ باشد.

۳-۲-۱-۷ پیپت حباب دار ۱۰ میلی لیتر

۴-۲-۱-۷ وسایل معمول آزمایشگاهی

## ۳-۱-۷ آماده سازی آزمون<sup>۲</sup>

برای تهیه آزمون باید طبق استاندارد ملی ایران ۳۲۲۶ سال ۱۳۷۰، تهیه آزمون از چربیها و روغنهای حیوانی و نباتی، انجام گیرد.

## ۴-۱-۷ روش اجرای آزمون

آزمون باید طبق مراحل زیر انجام گیرد:

۱-۴-۱-۷ ۱۰ میلی لیتر نمونه روغن را در لوله آزمایش (طبق بند ۱-۲-۱-۷) ریخته و همان حجم محلول معرف (طبق بند ۱-۱-۱-۷) به آن بیافزایید.

۲-۴-۱-۷ نمونه را به مدت چند دقیقه در آب گرم °C ۸۰- قرار داده و تکان دهید تا خروج دود دی سولفید کربن از نمونه پایان یابد.

یادآوری مهم: دی سولفید کربن ماده ای سمی بوده و تماس با پوست بدن به مدت طولانی، استنشاق و بلعیدن آن مضر می باشد در اثر تماس مکرر با بخار آن مسمومیت مزمن ایجاد می شود. این ماده در دمای پایین حرارت دادن، به شدت اشتعال پذیر بوده و دارای خطر آتش

۱- Analytical Grade

۲- Specimen

افروزي و انفجار مي باشد ، لذا هنگام کار با آن استفاده از هود مناسب و رعايت موارد احتياط الزامي است .  
۷-۱-۴-۳ لوله را در حمام آب نمک اشباع يا حمام روغن با دمائي °C ۱۱۰-۱۱۵ به مدت ۱ تا ۲ ساعت قرار دهيد .

### ۷-۱-۵ بيان نتايج

رنگ قرمز يا قرمز متمایل به نارنجي که در انتهاي آزمون آشکار مي گردد ، نشانه وجود روغن تخم پنبه است .  
يادآوري ۱ - در صورت وجود مقدار قابل ملاحظه اي روغن تخم پنبه ، نمونه در زماني کمتر از يك ساعت در حمام آب با دمائي جوش يا نزديك آن نتيجه مثبت مي دهد . براي اطمینان از نتيجه نمونه بايد حداقل به مدت ۲ ساعت در دمائي ۱۱۰ تا ۱۱۵ °C قرار گيرد .  
يادآوري ۲- شدت رنگ كاملا به ميزان روغن تخم پنبه موجود درنمونه بستگي دارد . با مقايسه رنگ آن با نمونه هايي که درصد معيني تخم پنبه دارند ، مقدار آن به صورت تقريبي قابل شناسايي است ، اگر چه اندازه گيري دقيق نمي باشد .  
يادآوري ۳- حلقه سيكلو پروپن در مقابل حرارت پايداري زيادي ندارد و در ۲۰۰ °C و همچنين محيط اسيدي تجزيه مي گردد ، لذا در روغنهاي تصفيه شده به دليل درجه حرارت بالاي بويگيري و ماهيت اسيدي خاكهاي بيرنگ کننده ممکن است جواب آزمون ضعيف يا درمواردي منفي باشد .

### ۷-۲ چربي هاي خوراكي اندازه گيري اسيدهاي چرب سيكلو پروپن در روغنها و

#### ۷-۲-۱ مواد لازم

كلييه مواد شيميايي مورد استفاده بايد داراي خلوص آزمائشگاهي<sup>۱</sup> و آب مصرفي بايد آب مقطر باشد .

#### ۷-۲-۱-۱ بوتانل نرمال

در صورتی که محلول بوتانل نرمال رنگي است، آن را مجدداً تقطير کنید .

#### ۷-۲-۱-۲ محلول رقيق گوگرد

يك گرم گوگرد خالص را در ۱۰۰ ميلي ليتر دي سولفيد کربن حل کنید . اين محلول بايد تازه تهيه شود .

#### ۷-۲-۱-۳ استاندارد سيكلو پروپن

متيل استرهايي با مقادير معين اسيدهاي چرب سيكلو پروپن روغن تخم پنبه ، که به صورت تجاری موجود می باشند ، تهيه کنید .

#### ۷-۲-۱-۴ پرو پيلن گليکول

#### ۷-۲-۲ وسايل لازم

۷-۲-۲-۱ لوله هاي آزمائش در پيچ دار يا لوله هاي کشت با ابعاد ۲۰×۱۵۰ ميلي متر :

لوله های مزبور باید در پیچ دار بوده و دارای لایه آب بندی باشند یا با نوار تفلن محکم شوند. لوله پیرکس با شماره ۹۸۲۵ یا معادل آن که در شرایط پر شده با آب دارای حداکثر جذب ۰/۰۱ است، مناسب می باشد.

۷-۲-۲-۲ حمام روغن یا آب نمک اشباع با دمای ثابت ۱۱۰°C

۷-۲-۲-۳ طیف سنج نوری :

طیف سنج نوری با محدوده طیف سنجی ۶۰۰-۳۴۰ نانومتر ، مجهز به سیستم تنظیم ولتاژ .

### ۷-۲-۳ روش اجرای آزمون

آزمون باید طبق مراحل زیر انجام گیرد:

۷-۲-۳-۱ ۲۰۰ میلی گرم روغن را در لوله در پیچ دار (طبق بند ۷-۲-۲-۱) بریزید و ۲۰ میلی لیتر بوتانل و پنج میلی لیتر محلول ۱٪ گوگرد در دی سولفید کربن (طبق بند ۷-۲-۱-۲) به آن بیافزایید. در لوله را محکم بسته و آن را تکان دهید .

۷-۲-۳-۲ به مدت ۲/۵ ساعت ، لوله را در بشر حاوی پروپیلن گلیکول که در حمام (طبق بند ۷-۲-۲-۲) با دمای ۱۱۰°C قرار دارد ، حرارت دهید .

یادآوری - این مرحله را زیر هود انجام دهید و دقت کنید که هود روشن باشد. ضمناً سطح پروپیلن گلیکول باید بالاتر از محتویات لوله قرار گیرد.

۷-۲-۳-۳ لوله را در بشر محتوی آب، سرد کرده و با حوله کاغذی نرم ، تمیز و خشک کنید .

۷-۲-۳-۴ میزان جذب (A) نمونه را تا حداکثر ۴ ساعت بعد از آماده سازی در حداکثر طول موج ۵۴۷ نانومتر در طیف سنج نوری اسپکتروفتومتر در مقابل بلندک<sup>۱</sup> که روغن ذرت خالص یا روغن فاقد اسید چرب سیکلوپروپن است ، (که کلیه مراحل فوق روی آن انجام شده) اندازه گیری کنید. اگر جذب نوری نمونه کمتر از ۰/۰۴ است ، مقدار نمونه را به یک گرم افزایش دهید و آزمون را تکرار کنید .

۷-۲-۳-۴ میزان جذب (A) استاندارد های سیکلو پروپن (طبق بند ۷-۲-۱-۳) را در حداکثر طول موج ۵۴۷ نانومتر اندازه گیری کنید. سپس نمودار جذب-غلظت آن را ترسیم نمایید.

### ۷-۲-۴ بیان نتایج

میزان اسید های چرب سیکلو پروپن را با استفاده از نمودار جذب-غلظت تهیه شده از نمونه های استاندارد سیکلو پروپن تعیین کنید .

## ۸ گزارش آزمون

- گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:
- ۱-۸ روش آزمون طبق استاندارد ملی ایران ...
  - ۲-۸ اعلام نتایج
  - ۳-۸ شرایط دیگری که در طول مدت آزمون اعمال شده و در این استاندارد آورده نشده است و بر روی نتایج نیز تاثیر گذار است .
  - ۴-۸ تمام آگاهیهای لازم برای تشخیص کامل نمونه
  - ۵-۸ تاریخ انجام آزمون
  - ۶-۸ نام و نام خانوادگی و امضا آزمون کننده



**ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN**

**Institute of Standards and Industrial Research of Iran**

**ISIRI NUMBER**

۷۰۴۳



**Animal and vegetables fats and oils – Halfen - Test  
method**

۱st. Revision