

МЕЖДУНАРОДНЫЙ  
СТАНДАРТ

ISO  
3976

IDF  
74

Второе издание  
2006-03-01

---

---

**Жир молочный. Определение  
перексидного числа**

*Milk fat — Determination of peroxide value*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 3976:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/074d899e-0844-4710-937f-19e7ced4dd37/iso-3976-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт ГОСТ Р  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочные номера  
ISO 3976:2006(R)  
IDF 74:2006(R)

© ISO и IDF 2006

### Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3976:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/074d899e-0844-4710-937f-19e7ced4dd37/iso-3976-2006>



### ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

International Dairy Federation  
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Brussels  
Tel. + 32 2 733 98 88  
Fax + 32 2 733 04 13  
E-mail [info@fil-idf.org](mailto:info@fil-idf.org)  
Web [www.fil-idf.org](http://www.fil-idf.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
1 Область распространения.....	1
2 Термины и определения .....	1
3 Принцип .....	1
4 Реактивы .....	2
5 Аппаратура.....	3
6 Отбор проб.....	4
7 Подготовка пробы для испытания .....	4
7.1 Общие положения .....	4
7.2 Обезвоженный молочный жир, обезвоженное топленое масло, топленое масло, ги .....	4
7.3 Сливочное масло .....	4
8 Методика (см. Приложение А) .....	4
8.1 Меры предосторожности против окисления и помех при регистрации экстинкции.....	4
8.2 Контрольный опыт на реактивы .....	5
8.3 Контрольный опыт на пробу для испытания .....	5
8.4 Проба для анализа .....	6
8.5 Коэффициент экстинкции комплексного соединения железа(III) красного цвета.....	6
9 Расчет и выражение результатов .....	7
9.1 Расчет .....	7
9.2 Выражение результатов испытания .....	8
10 Прецизионность.....	8
10.1 Межлабораторное испытание.....	8
10.2 Повторяемость .....	8
10.3 Воспроизводимость .....	8
11 Протокол испытания.....	9
Приложение А (информативное) Схема методики и примеры расчетов.....	10
Приложение В (информативное) Межлабораторное испытание .....	11
Приложение С (информативное) Сравнительное испытание .....	12
Библиография.....	15

## Предисловие

**ISO (Международная организация по стандартизации)** является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 3976|IDF 74 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*, и Международной федерацией молочной промышленности (IDF). Этот стандарт должен быть опубликован совместно ISO и IDF.

Настоящее издание ISO 3976|IDF 74 отменяет и заменяет ISO 3976:1977, который был подвергнут техническому пересмотру. Сравнение результатов, полученных при использовании нового реактива (смесь метанол/1-деканол/*n*-гексан), с результатами, полученными при использовании смеси хлороформ/метанол, приводится в Приложении С.

## Предисловие

**Международная федерация молочной промышленности (IDF)** является всемирной федерацией предприятий молочной отрасли, каждый член которой представлен в ней своим национальным комитетом. Каждый национальный комитет имеет право быть представленным в Постоянных комитетах IDF, осуществляющих техническую работу. IDF сотрудничает с ISO по вопросам разработки стандартных методов анализа и отбора проб молока и молочных продуктов.

Проекты международных стандартов, принятые Рабочими группами и Постоянными комитетами, рассылаются национальным комитетам для голосования. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 50 % национальных комитетов IDF, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. IDF не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 3976|IDF 74 подготовлен Международной федерацией молочной промышленности (IDF) и Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 5, *Молоко и молочные продукты*. Этот стандарт должен быть опубликован совместно IDF и ISO.

Вся работа была проведена совместной Рабочей группой ISO-IDF по *Жирам*, Постоянного комитета по *Основным компонентам молока*, под руководством руководителя проекта м-ра А. ван Резеля (Бельгия).

Настоящее издание ISO 3976|IDF 74 отменяет и заменяет IDF 74A:1991, который был подвергнут техническому пересмотру. Сравнение результатов, полученных при использовании нового реактива (смесь метанол/1-деканол/*n*-гексан), с результатами, полученными при использовании смеси хлороформ/метанол, приводится в Приложении С.



## Жир молочный. Определение пероксидного числа

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** — Применение настоящего международного стандарта может включать использование опасных материалов, операций и оборудования. В этом стандарте не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь этого стандарта сам несет ответственность за обеспечение безопасности и охрану здоровья, а также определение применимости местных регламентных ограничений до его использования.

### 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения пероксидного числа в обезвоженном молочном жире.

Метод применим к обезвоженному молочному жиру с пероксидным числом до 1,3 ммоль кислорода на килограмм.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Для проб молочного жира с пероксидным числом от 0,5 ммоль до 1,3 ммоль кислорода на килограмм используется обобщенная методика (см. Приложение А). Для проб молочного жира с пероксидным числом более 1,3 ммоль кислорода на килограмм может быть использован метод с применением йода/тиосульфата (например, AOAC 920.160).

### 2 Термины и определения

ISO 3976:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/074d899e-0844-4710-937f->

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

#### 2.1

**пероксидное число**  
**peroxide value**

количество вещества, определенное по методике, установленной в этом международном стандарте

**ПРИМЕЧАНИЕ** Пероксидное число выражают в миллимолях кислорода на килограмм.

### 3 Принцип

Пробу для анализа растворяют в смеси метанол/1-деканол/*n*-гексан, затем добавляют хлорид железа(II) и тиоцианат аммония. Пероксиды окисляют железо(II), которое образует комплексное соединение железо(III) красного цвета с тиоцианатом аммония. Количество вещества рассчитывают по результатам фотометрического определения комплексного соединения железа(III) красного цвета после заданного периода реакции.

## 4 Реактивы

Используют реактивы только признанного аналитического качества, если не установлено иначе, и дистиллированную или деминерализованную воду или воду, по меньшей мере, эквивалентной чистоты.

### 4.1 Смесь метанол/1-деканол/*n*-гексан, в соотношении 3:2:1 (объемная доля).

Смешивают 2 объемные части 1-деканола с 1 объемной частью *n*-гексана. Добавляют 3 объемные части безводного метанола к этой смеси и снова перемешивают.

Смесь огнеопасна и имеет неприятный запах. Поэтому, рекомендуется работать в вытяжном шкафу и перчатках.

Вместо *n*-гексана может использоваться петролейный эфир с температурными пределами кипения от 60 °C до 80 °C.

### 4.2 Раствор хлорида железа(II) (FeCl<sub>2</sub>), $c(\text{Fe}^{2+}) \sim 1$ мг/мл.

Готовят раствор хлорида железа(II) при непрямом рассеянном свете.

Растворяют приблизительно 0,4 г дигидрата хлорида бария (BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) примерно в 50 мл воды. Затем растворяют приблизительно 0,5 г гептагидрата сульфата железа(II) (FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O) примерно в 50 мл воды. В раствор сульфата железа(II) медленно вливают раствор хлорида бария при постоянном перемешивании. Добавляют приблизительно 2 мл раствора соляной кислоты I (4.5) и снова перемешивают.

Дают возможность осадку сульфата бария отстаиваться или центрифугируют смесь до образования прозрачного верхнего слоя жидкости. Декантируют полученный таким образом прозрачный раствор в склянку из темного стекла. Не хранят раствор более 1 недели.

Альтернативно, можно приготовить раствор хлорида железа(II) путем растворения приблизительно 0,35 г тетрагидрата хлорида железа(II) (FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O) примерно в 100 мл воды. Добавляют 2 мл раствора соляной кислоты I (4.5) и перемешивают.

### 4.3 Раствор тиоцианата аммония.

Растворяют приблизительно 30 г тиоцианата аммония (NH<sub>4</sub>SCN) в воде. Разбавляют водой до 100 мл. Если раствор не бесцветный, промывают его несколько раз небольшими порциями (например, по 5 мл) изоамилового спирта (3-метилбутан-1-ол).

### 4.4 Стандартный раствор хлорида железа(III) (FeCl<sub>3</sub>), $c(\text{Fe}) = 10$ мкг/мл.

В мерной колбе с одной меткой вместимостью 500 мл растворяют 0,500 г порошка железа примерно в 50 мл раствора соляной кислоты I (4.5). Добавляют 1 - 2 мл раствора пероксида водорода (4.7). Удаляют избыток пероксида водорода при кипении в течение 5 мин. Охлаждают до комнатной температуры. Разбавляют водой до метки 500 мл и перемешивают.

Раствор хлорида железа(III), содержащий 1 г/л Fe, также может быть приготовлен из стандартизованных химикатов, имеющих в продаже.

С помощью пипетки переносят 1 мл полученного раствора в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл. Разбавляют до метки 100 мл смесью метанол/1-деканол/*n*-гексан (4.1) и перемешивают.



**4.5 Раствор соляной кислоты I**, приблизительно  $c(\text{HCl}) = 10$  моль/л.

**4.6 Раствор соляной кислоты II**, приблизительно  $c(\text{HCl}) = 0,2$  моль/л.

Разбавляют 2 мл раствора соляной кислоты I (4.5) водой до 100 мл.

**4.7 Раствор пероксида водорода ( $\text{H}_2\text{O}_2$ )**, массовая доля приблизительно 30 %.

**4.8 Разбавленная азотная кислота ( $\text{HNO}_3$ )**, массовая доля приблизительно 10 %.

## 5 Аппаратура

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

### 5.1 Стеклянная посуда.

Очищают всю стеклянную посуду путем замачивания в разбавленной азотной кислоте (4.8) в течение 24 ч. Промывают стеклянную посуду четыре раза водопроводной водой и четыре раза дистиллированной водой или водой эквивалентной чистоты перед сушкой в сушильном шкафу (5.10), установленном на температуру 100 °С, в течение 1 ч.

Чистота стеклянной посуды имеет наибольшее значение. Также могут быть использованы другие процедуры очистки, если они дают такой же результат.

**5.2 Аналитические весы**, способные взвешивать с точностью до 1 мг при возможности считывания показаний до 0,1 мг.

**5.3 Раздаточное устройство**, способное подавать точно 9,9 мл, 9,6 мл, 9,4 мл, 8,9 мл, 8,4 мл и 7,9 мл смеси метанол/1-деканол/*n*-гексан (4.1).

**5.4 Раздаточное устройство**, способное подавать точно 0,5 мл, 1,0 мл, 1,5 мл и 2,0 мл стандартного раствора хлорида железа(III) (4.4).

**5.5 Микропипетки**, способные подавать точно 0,05 мл раствора тиоцианата аммония (4.3), раствора хлорида железа(II) (4.2) и раствора соляной кислоты II (4.6) соответственно.

**5.6 Фотометр**, способный измерять на длине волны около 500 нм.

**5.7 Кюветы с крышками**, пригодные для фотометра (5.6) и устойчивые ко всем реактивам, используемым в данной методике.

**5.8 Стеклянные пробирки**, снабженные стеклянными притертыми пробками.

**5.9 Сушильный шкаф**, с электрическим нагревом, способный работать при температуре между 40 °С и 45 °С.

**5.10 Сушильный шкаф**, с электрическим нагревом, способный работать при температуре 100 °С ± 2 °С.

**5.11 Центрифуга**, способная создавать радиальное ускорение, по меньшей мере, 350 *g*, с качающимся ротором (например, так называемая центрифуга Гербера).

**5.12 Пробирки для центрифугирования**, пригодные для центрифуги (5.11).

**5.13** **Стеклянные воронки**, со складчатым бумажным фильтром (средний сорт).

**5.14** **Склянки**, пригодные для использования с реактивами.

## **6 Отбор проб**

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 707|IDF 50.

## **7 Подготовка пробы для испытания**

### **7.1 Общие положения**

Выполняют все приготовления при непрямом рассеянном свете.

### **7.2 Обезвоженный молочный жир, обезвоженное топленое масло, топленое масло, ги**

При необходимости полностью растапливают пробу для испытания (см. подробности в IDF 68A) путем нагревания закрытого контейнера при наименьшей температуре, необходимой для достижения расплавления. Перемешивают расплавленную пробу, не допуская, насколько это возможно, попадания в нее воздуха.

Сразу же проводят определение, пока проба для испытания находится в жидком состоянии.

### **7.3 Сливочное масло**

Добавляют соответствующее количество пробы для испытания в пробирку для центрифугирования (5.12). Расплавляют пробу в сушильном шкафу (5.9), отрегулированном на температуру от 40 °C до 45 °C. Отделяют жир путем центрифугирования при радиальном ускорении, по меньшей мере, 350 *g* в течение 5 мин.

Фильтруют теплую отделившуюся жировую фракцию масла через стеклянную воронку (5.13) со складчатым сухим бумажным фильтром в сушильном шкафу (5.9), отрегулированном на температуру от 40 °C до 45 °C. Отфильтрованная жировая фракция масла должна быть прозрачной и свободной от воды и обезжиренных веществ.

Сразу же проводят определение, пока проба для испытания находится в жидком состоянии.

## **8 Методика (см. Приложение А)**

### **8.1 Меры предосторожности против окисления и помех при регистрации экстинкции**

**8.1.1** Избегают какого-либо воздействия света на пробу для испытания. Выполняют испытание при непрямом приглушенном, насколько это осуществимо, свете.

**8.1.2** Выполняют все измерения экстинкции при длине волны максимальной экстинкции комплексного соединения железа (III) красного цвета, т.е. около 500 нм.

**8.1.3** Выполняют все измерения экстинкции в кюветах (5.7), которые после заполнения сразу же закрываются. После закрытия кювет дают им возможность постоять в течение 10 мин для достижения равновесия в смеси перед регистрацией экстинкции.

ПРИМЕЧАНИЕ Испарение растворителя может вызывать конденсацию наверху стенок кюветы. При восстановлении объема жидкости эта конденсация создает дифракцию света на различных слоях растворителя, что приводит к флуктуации экстинкции. Время ожидания в течение 10 мин необходимо для достижения равновесия между растворителем и паровой фазой.

## 8.2 Контрольный опыт на реактивы

**8.2.1** С помощью раздаточного устройства (5.3) добавляют 9,90 мл смеси метанол/1-деканол/*n*-гексан (4.1) в пробирку (5.8).

**8.2.2** С помощью микропипетки (5.5) добавляют 0,05 мл раствора тиоцианата аммония (4.3) к смеси в пробирке и перемешивают.

**8.2.3** С помощью микропипетки (5.5) добавляют 0,05 мл раствора хлорида железа(II) (4.2) к смеси в пробирке и снова перемешивают.

**8.2.4** Переносят полученную смесь для контрольного опыта на реактивы в кювету фотометра (5.7). Закрывают кювету крышкой и дают ей возможность постоять в течение 10 мин для достижения равновесия в смеси.

Измеряют экстинкцию,  $E_1$ , смеси для контрольного опыта на реактивы относительно смеси метанол/1-деканол/*n*-гексан (4.1). Выполняют определение смеси для контрольного опыта на реактивы, по меньшей мере, четыре раза.

**8.2.5** Полученные результаты ( $E_1$ ) должны находиться в пределах диапазона 0,010 единиц. Среднее значение экстинкции смеси для контрольного опыта на реактивы ( $E_m$ ) должно не превышать 0,030 единиц. Если указанное выше требование не выполняется, проверяют фотометрическую методику, стеклянную посуду и все реактивы. Корректируют методику или заменяют то, что необходимо.

## 8.3 Контрольный опыт на пробу для испытания

**8.3.1** Взвешивают с точностью до 1 мг в пробирке (5.8) приблизительно 0,33 г приготовленной пробы для испытания (см. 7.2 или 7.3).

**8.3.2** С помощью раздаточного устройства (5.3) добавляют без задержки 9,60 мл смеси метанол/1-деканол/*n*-гексан (4.1) к пробе для испытания в пробирке. Осторожно перемешивают для растворения пробы жира.

**8.3.3** С помощью микропипетки (5.5) добавляют 0,05 мл раствора тиоцианата аммония (4.3) и перемешивают.

**8.3.4** Переносят полученную смесь для контрольного опыта на пробу для испытания в кювету фотометра (5.7). Закрывают кювету крышкой и дают ей возможность постоять в течение 10 мин для достижения равновесия в смеси. Измеряют экстинкцию ( $E'_0$ ) смеси для контрольного опыта на пробу для испытания относительно смеси метанол/1-деканол/*n*-гексан (4.1).

**8.3.5** В значение экстинкции смеси для контрольного опыта на пробу для испытания ( $E'_0$ ), полученное в 8.3.4, вносят поправку на разность масс проб для анализа при контрольном опыте на пробу для испытания и при самом испытании, используя следующее уравнение:

$$E_0 = E'_0 \times \frac{m}{m_0}$$