
Жиры и масла животные и растительные. Определение пероксидного числа. Иодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value — Iodometric (visual) endpoint determination

(standards.iteh.ai)

ISO 3960:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3621d060-0861-4f1e-8eef-a55890cba02c/iso-3960-2007>

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



Ссылочный номер
ISO 3960:2007(R)

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 установку интегрированных шрифтов в 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 Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF 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, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3960:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3621d060-0861-4f1e-8eef-a55890cba02c/iso-3960-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2007

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 по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

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
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная Организация по Стандартизации (ISO) 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 3960 разработан Техническим Комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 3960:2001), которое было подвергнуто техническому пересмотру.

Введение

На протяжении многих лет были разработаны различные методы определения содержания пероксидов в жирах и маслах. Основной принцип большинства методов заключается в высвобождении йода из йодида калия в кислой среде. Метод Вилера был стандартизован более 50 лет назад различными органами по стандартизации и широко используется для контроля продуктов производителями, получателями и официальными лабораториями. В национальном и международном пищевом законодательстве (включая Кодекс Алиментариус) часто устанавливаются допустимые пределы пероксидных чисел. Из-за отклонений воспроизводимости результатов было отмечено, что существуют незначительные расхождения между стандартизованными методами. Необходимо обратить особое внимание на зависимость результата от количества пробы, используемой для определения. Поскольку метод определения пероксидного числа (PV) является сугубо эмпирическим методом, ISO/TC 34/SC 11 принял решение установить массу пробы 5 г для $PV > 1$ и 10 г для $PV \leq 1$, а также ограничить применимость этого метода животными и растительными жирами и маслами с пероксидными числами от 0 миллиэквивалентов до 30 миллиэквивалентов активного кислорода на килограмм. Пользователю этого международного стандарта следует знать, что полученные результаты могут быть слегка занижены по сравнению с результатами предшествующих стандартов.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3960:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3621d060-0861-4f1e-8eef-a55890cba02c/iso-3960-2007>

Жиры и масла животные и растительные. Определение пероксидного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод йодометрического определения пероксидного числа животных и растительных жиров и масел с визуальным обнаружением конечной точки. Пероксидное число является мерой количества кислорода, химически связанного в масле или жире в виде пероксидов, особенно гидропероксидов.

Метод применим ко всем животным и растительным жирам и маслам, жирным кислотам и их смесям с пероксидными числами от 0 мэкв до 30 мэкв (миллиэквивалентов) активного кислорода на килограмм. Он также применим к маргаринам и жирам для намазывания на хлеб с меняющимся содержанием воды. Данный метод не пригоден для молочных жиров и не применим к лецитинам.

Необходимо отметить, что пероксидное число является динамичным параметром, значение которого зависит от предыстории пробы. Кроме того, метод определения пероксидного числа является сугубо эмпирическим, а полученное значение зависит от массы пробы. Необходимо подчеркнуть, что из-за заданной массы пробы полученные пероксидные числа могут быть немного занижены по сравнению с числами, полученными для меньшей массы пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Предпочтительный метод йодометрического определения пероксидного числа в молочных жирах установлен в ISO 3976.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Метод потенциометрического определения пероксидного числа приведен в ISO 27107.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 661, *Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

3.1

пероксидное число

peroxide value

PV

количество в пробе веществ, выраженных в виде активного кислорода, которые окисляют йодид калия в условиях, определенных в этом международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Пероксидное число обычно выражают в миллиэквивалентах (meq) активного кислорода на килограмм масла, но также оно может быть выражено (в единицах СИ) в миллимолях (ммоль) активного кислорода на килограмм масла. Значение, выраженное в миллимолях активного кислорода на килограмм, равно половине значения, выраженного в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм. При умножении пероксидного числа (meq активного кислорода на кг) на эквивалентную массу кислорода (равную 8) получают миллиграммы активного кислорода на килограмм масла.

4 Принцип

Пробу для испытания растворяют в изооктане и ледяной уксусной кислоте и добавляют йодид калия. Выделяемый пероксидами йод определяют иодометрически (визуально) с помощью крахмала в качестве индикатора и стандартного раствора тиосульфата натрия. Конечную точку титрования определяют иодометрически (визуально).

5 Реактивы

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Следует обращать внимание на национальные регламенты, определяющие обращение с опасными веществами и обязанности пользователя в соответствии с этим. Необходимо следовать техническим, организационным и персональным мерам безопасности.

Используют только реактивы признанного аналитического качества, если не указано иначе. Все реактивы не должны содержать свободного кислорода.

5.1 Вода, деминерализованная, кипяченая и охлажденная до 20 °С.

5.2 Ледяная уксусная кислота, массовая доля 100 %; подвергнутая дегазации в ультразвуковой бане под вакуумом или продувке током чистого и сухого инертного газа (диоксида углерода или азота).

5.3 Изооктан, подвергнутый дегазации в ультразвуковой бане под вакуумом или продувке током чистого и сухого инертного газа (диоксида углерода или азота).

5.4 Раствор ледяная уксусная кислота/изооктан, приготовленный смешиванием 60 мл ледяной уксусной кислоты и 40 мл изооктана (объемная доля ледяной уксусной кислоты: $\varphi = 60$ мл/100 мл и объемная доля изооктана: $\varphi = 40$ мл/100 мл).

Смесь подвергают дегазации в ультразвуковой бане под вакуумом или продувке током чистого и сухого инертного газа (диоксида углерода или азота).

5.5 Йодид калия, не содержащий йода и йодатов.

5.6 Насыщенный раствор йодида калия, массовая концентрация $\rho = 175$ г/100 мл. Растворяют приблизительно 14 г йодида калия примерно в 8 г свежekiпяченной воды при комнатной температуре.

Убеждаются в том, что раствор остается насыщенным (нерастворимые кристаллы). Хранят в темноте и ежедневно готовят свежий раствор. Проверяют раствор следующим образом: добавляют две капли раствора крахмала к 0,5 мл йодида калия в 30 мл раствора ледяная уксусная кислота/изооктан. Если для образования синей окраски требуется более одной капли стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/л, отбрасывают раствор йодида калия.

5.7 0,1 Н стандартный раствор тиосульфата натрия, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/л.

Для приготовления этого раствора используют только свежekiпяченную воду, желательно продутую азотом. Этот раствор можно использовать в течение одного месяца и хранят в склянке из янтарного стекла.

5.8 0,01 Н стандартный раствор тиосульфата натрия, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ моль/л (см. 9.2).

Необходимо ежедневно перед использованием или для определения титра готовить свежий раствор из стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/л. Опыт показывает, что его стабильность ограничена и зависит от значения pH и содержания свободного диоксида углерода. Для разбавления используют только свежekiпяченую воду, желательнo продутую азотом.

5.9 Раствор крахмала, массовая концентрация $\rho = 1$ г/100 мл. Смешивают 0,5 г крахмала в небольшом количестве холодной воды. При помешивании добавляют эту смесь к 50 мл кипящей воды, кипятят несколько секунд и немедленно охлаждают.

Раствор должен быть свежеприготовленным каждый день.

Рекомендуется для йодометрии использовать картофельный крахмал, поскольку он дает более темную синюю окраску. Можно также использовать эквивалентные реактивы.

5.10 Йодат калия (KIO_3), эталон для определения титра, вторичный эталонный материал, имеющийся в Национальном институте стандартов и технологий США (NIST), Gaithersburg, MD, USA.

5.11 Соляная кислота, $c(\text{HCl}) = 4$ моль/л.

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

6.1 Колба Эрленмейера, вместимостью 250 мл, с притертым горлом и притертой стеклянной пробкой.

6.2 Бюретка, вместимостью 10 мл или 25 мл, с ценой деления, по меньшей мере, 0,05 мл, желательнo с автоматической установкой на нуль (шариковые титраторы).

6.3 Ручное или автоматическое дозирочное устройство, вместимостью 20 мл, с разрешением, по меньшей мере, 10 мкл и точностью $\pm 0,15$ % (например, бюретка с поршнем).

6.4 Пипетки, вместимостью 0,5 мл, 1 мл, 10 мл и 100 мл (или автоматические пипетки).

6.5 Мерные цилиндры, вместимостью 50 мл и 100 мл.

6.6 Аналитические весы, с возможностью считывания до 0,001 г.

6.7 Магнитная мешалка, с магнитным вращающимся стержнем (2,5 см) и нагревательной плиткой.

6.8 Мерная колба, вместимостью 1 000 мл.

6.9 Мерная колба, вместимостью 250 мл.

6.10 Мерная колба, вместимостью 500 мл.

6.11 Микроволновая печь.

Микроволновая печь может использоваться для быстрого и легкого расплавления твердых проб. Аккуратное и правильное использование микроволновой печи не будет приводить к какому-либо увеличению пероксидного числа. Подходящие условия должны проверяться заблаговременно.

7 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 5555.

8 Подготовка пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

Проба для определения пероксидного числа должна отбираться первой и пероксидное число должно определяться сразу же.

Гомогенизируют пробу, желательно без нагрева и аэрации. Избегают прямого солнечного излучения. Осторожно нагревают твердые пробы до температуры на 10 °C выше их точки плавления. Пробы с видимыми примесями должны быть отфильтрованы, а процесс фильтрации должен быть отмечен в протоколе испытания.

Для некоторых продуктов количество экстрагируемого жира/масла может быть ниже 5 г или пероксидное число жира/масла может быть выше 30 мэкв активного кислорода на килограмм. В таких случаях пользователю следует выбрать пробу меньшей массы [см. Раздел 12 f)].

9 Методика

9.1 Общие положения

Выполняют все операции при рассеянном дневном или искусственном свете. Избегают прямого облучения солнечным светом. Обращают внимание на то, чтобы все сосуды не содержали окислителей или восстановителей.

Хранят стандартные растворы тиосульфата натрия в склянках из янтарного стекла.

9.2 Приготовление и определение титра 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия

9.2.1 Приготовление 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия

С помощью пипетки (6.4) переносят 100 мл 0,1 Н стандартного раствора тиосульфата натрия (5.7) в мерную колбу вместимостью 1 000 мл (6.8). Разбавляют до метки свежеекипяченной водой (5.1). После гомогенизации переносят полученный 0,01 Н стандартный раствор тиосульфата натрия в склянку из янтарного стекла.

Ежедневно перед использованием или для определения титра готовят 0,01 Н свежий стандартный раствор тиосульфата натрия из 0,1 Н стандартного раствора тиосульфата натрия. Опыт показывает, что его стабильность ограничена и зависит от значения рН и содержания свободного диоксида углерода. Для разбавления используют только свежеекипяченную воду, желательно продутую азотом.

9.2.2 Определение титра 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия (определение коэффициента)

Взвешивают с точностью до 0,001 мг в мерной колбе (250 мл или 500 мл) (6.9 или 6.10) от 0,27 г до 0,33 г йодата калия (KIO_3), разбавляют до метки свежеекипяченной водой (5.1) и охлаждают до комнатной температуры.

С помощью пипетки (6.4) переносят 5 мл или 10 мл этого раствора йодата калия в колбу Эрленмейера вместимостью 250 мл (6.1). Добавляют 60 мл свежеекипяченной воды, 5 мл соляной кислоты концентрацией 4 моль/л и 25 мг – 50 мг йодида калия (5.5) или 0,5 мл насыщенного раствора йодида калия (5.6).

Титруют этот раствор йодометрическим (визуальным) методом для определения коэффициента для 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия (см. 9.2.1).

Рассчитывают точную концентрацию, c_{stand} , 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия по следующей формуле:

$$c_{\text{stand}} = \frac{m_{\text{KIO}_3} \times V_1 \times 6 \times 1\,000 \times \rho_{\text{KIO}_3}}{M_{\text{KIO}_3} \times V_2 \times V_3 \times c_{\text{thio}} \times 100}$$

где

m_{KIO_3} масса йодата калия, в граммах;

6 эквивалентная масса для определения титра (1 моль $\text{KIO}_3 = 3$ молям I_2);

V_1 объем раствора йодата калия, использованного для определения титра (5 мл или 10 мл);

V_2 общий объем раствора йодата калия, в миллилитрах (250 мл или 500 мл);

V_3 объем 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия, использованного для определения, в миллилитрах;

ρ_{KIO_3} концентрация по массе йодата калия, в граммах на 100 г;

M_{KIO_3} молекулярная масса йодата калия (214 г/моль);

c_{thio} приблизительная концентрация 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия, в молях на литр (= 0,01).

9.3 Определение пероксидного числа

9.3.1 Продувают тщательно очищенную колбу Эрленмейера (6.1) азотом или диоксидом углерода. Взвешивают в колбе с точностью до 0,1 мг:

- 5,0 г \pm 0,1 г пробы для испытания для ожидаемых значений пероксидного числа от 1 до 30; или
- 10,0 г \pm 0,1 г пробы для испытания для ожидаемых значений пероксидного числа от 0 до 1.

Промывают колбу Эрленмейера перед использованием раствором ледяная уксусная кислота/изооктан (5.4), чтобы гарантировать, что в колбе не содержится каких-либо окислителей или восстановителей.

9.3.2 Растворяют пробу для испытания в 50 мл раствора ледяная уксусная кислота/изооктан при осторожном перемешивании с образованием завихрения.

В случае жиров с высокими точками плавления (твердые и животные жиры) осторожно добавляют к расплавленному жиру 20 мл изооктана (5.3) при осторожном перемешивании с образованием завихрения, и затем сразу же добавляют 30 мл ледяной уксусной кислоты (5.2). Кроме того, при необходимости, слабо нагревают пробу для испытания.

9.3.3 Добавляют 0,5 мл насыщенного раствора йодида калия (5.6). Закрывают колбу Эрленмейера и перемешивают на магнитной мешалке (6.7) без образования большого завихрения или вручную без аэрации в течение точно 60 с (используют таймер с точностью до ± 1 с).

9.3.4 Открывают колбу Эрленмейера, немедленно добавляют 100 мл деминерализованной воды, промывают притертую стеклянную пробку и перемешивают с образованием завихрения.

9.3.5 Сразу же титруют выделяемый йод 0,01 Н стандартным раствором тиосульфата натрия (5.8) от желто-оранжевой до бледно-желтой окраски раствора, а после добавления 0,5 мл раствора крахмала (5.9) – от фиолетовой до бесцветной. Заканчивают титрование, как только раствор остается бесцветным в течение 30 с.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Титрованию подлежит нижняя фаза. Существует задержка от 15 с до 30 с для изменения окраски при титровании 0,01 Н стандартным раствором тиосульфата натрия (5.8).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Если пероксидное число ниже 1, то раствор крахмала можно добавлять в начале титрования.

9.3.6 При параллельном контрольном опыте должно расходоваться не более 0,1 мл 0,01 Н раствора тиосульфата. Если это значение при контрольном опыте выше, то заменяют насыщенный раствор йодида натрия, так как он может быть непригодным.

10 Расчет и выражение результатов

Пероксидное число (PV) в мэкв активного кислорода на килограмм рассчитывают по следующему уравнению:

$$PV = \frac{(V - V_0) \times c_{\text{thio}} \times c_{\text{stand}} \times 1\,000}{m}$$

где

V объем 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия, израсходованного для определения, в миллилитрах;

V_0 объем 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия, израсходованного для контрольного опыта, в миллилитрах;

c_{stand} точная концентрация 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия, определенная в соответствии с 9.2, в молях на литр;

c_{thio} приблизительная концентрация 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия, в молях на литр (= 0,01);

m масса пробы для испытания, в граммах.

Результат определения должен записываться в протокол с точностью до первого десятичного знака.

11 Прецизионность метода

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода суммируются в Приложении А. Значения, полученные на основании этого межлабораторного испытания, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной