

Первое издание
2008-03-01

Исправленная версия
2009-05-15

**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
пероксидного числа.
Потенциометрическое определение по
конечной точке**

iTeh STA *Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide
value — Potentiometric end-point determination*
(standards.iteh.ai)

ISO 27107:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a2bac43-aa9e-4eff-a90b-99f0c089a0ef/iso-27107-2008>

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



Ссылочный номер
ISO 27107:2008(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 27107:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a2bac43-aa9e-4eff-a90b-99f0c089a0ef/iso-27107-2008>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

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 22 734 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 27107 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Настоящая исправленная версия ISO 27107:2008 включает следующие поправки:

- Введение, строка 13, “более” и “менее или равным” заменяет “>” и “u” соответственно;
- Введение, строка 15, “от 0 ммоль до 15 ммоль” стало “от 0 мэкв до 30 мэкв”;
- 5.6, последнее предложение, было исправлено, чтобы отразить подробности образования синей окраски;
- 6.5 сейчас включает возможность считывания до 0,000 1 г, а не 0,001 г;
- 9.2.2, строка 1, сейчас ссылаются на 0,001 г вместо 0,001 мг;
- 9.2.2, абзац 4, сейчас содержит исправленный расчет коэффициента, используя обозначение F вместо f ;
- заголовок “10.1 Расчет” был отменен;
- Раздел 10, абзац 1, был пересмотрен для включения коэффициента, F , из пересмотренного пункта 9.2.2;
- На Рисунке А.1, “PV =” стало “PV:” (пять раз).

Введение

На протяжении многих лет были разработаны различные методы определения содержания пероксидов в жирах и маслах. Обычно они основаны на выделении йода из йодида калия в кислой среде. Метод Вилера (Ссылка [6]) был принят в стандартах различными комитетами-членами более 50 лет назад и широко использовался производителями, получателями и официальными лабораториями для контроля продуктов. В национальном и международном пищевом законодательстве [включая дочернюю организацию Организации ООН по вопросам продовольствия и сельского хозяйства и Всемирной организации здравоохранения по разработке продовольственных стандартов (Codex Alimentarius)] часто указываются допустимые пределы пероксидных чисел. Было отмечено, что существует незначительное расхождение между стандартизованными методами из-за отклонений в воспроизводимости результатов. Их отличительной чертой является зависимость результата от количества пробы, использованной для определения. Поскольку определение пероксидного числа (PV) представляет собой сугубо эмпирическую процедуру, ISO/TC 34/SC 11 принял решение зафиксировать массу пробы в 5 г при PV более 1 и в 10 г при PV менее или равным 1, а также ограничить применимость этого метода животными и растительными жирами и маслами с пероксидными числами от 0 мэкв до 30 мэкв активного кислорода на килограмм. Пользователям этого международного стандарта следует иметь в виду, что полученные результаты могут быть слегка занижены по сравнению с прежними стандартами.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 27107:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a2bac43-aa9e-4eff-a90b-99f0c089a0ef/iso-27107-2008>

Жиры и масла животные и растительные. Определение пероксидного числа. Потенциометрическое определение по конечной точке

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод потенциометрического определения пероксидного числа по конечной точке, в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм, в животных и растительных жирах и маслах.

Метод применим ко всем животным и растительным жирам и маслам, жирным кислотам и их смесям с пероксидным числом от 0 мэкв до 30 мэкв активного кислорода на килограмм. Он также применим к маргаринам и жирным пастам с различным содержанием воды. Данный метод не применим к молочным жирам или лецитинам.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод йодометрического (визуального) определения пероксидного числа приведен в ISO 3960. В ISO 3976 установлен метод определения для молочных жиров.

2 Нормативные ссылки

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

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

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

3.1

пероксидное число

peroxide value

PV

количество тех веществ в пробе, выраженных в пересчете на активный кислород, которые окисляют йодид калия в условиях, установленных в этом международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Пероксидное число обычно выражают в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм масла, но оно также может выражаться (в единицах СИ) в миллимолях активного кислорода на килограмм масла. Значение, выраженное в миллимолях активного кислорода на килограмм, равняется половине значения, выраженного в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм. Умножение пероксидного числа (в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм) на эквивалентную массу кислорода (равную 8) дает массовую долю активного кислорода в миллиграммах на килограмм масла.

4 Принцип

Пробу для анализа растворяют в изооктане и ледяной уксусной кислоте и добавляют йодид калия. Йод, выделенный с помощью пероксидов, определяют титриметрически по стандартному раствору тиосульфата натрия. Конечную точку титрования определяют электрохимическим методом.

5 Реактивы

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Необходимо учитывать национальные регламенты, в которых указываются правила обращения с опасными веществами и обязанности пользователей. Необходимо соблюдать меры по охране здоровья и технике безопасности.

Если не указано иначе, используют реактивы только признанного аналитического качества. Все реактивы не должны содержать растворенного кислорода.

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

5.2 Ледяная уксусная кислота, массовая доля 100 %, дегазированная в ультразвуковой ванне под вакуумом или очищенная струей чистого и сухого инертного газа (диоксид углерода или азот).

5.3 Изооктан (2,2,4-триметилпентан), дегазированный в ультразвуковой ванне под вакуумом или очищенный струей чистого и сухого инертного газа (диоксид углерода или азот).

5.4 Раствор ледяной уксусной кислоты/изооктана, приготовленный путем смешивания 60 мл ледяной уксусной кислоты (5.2) и 40 мл изооктана (5.3). Объемная доля ледяной уксусной кислоты: $\varphi = 60$ мл/100 мл; объемная доля изооктана: $\varphi = 40$ мл/100 мл.

Смесь дегазируют в ультразвуковой ванне под вакуумом или очищают струей чистого и сухого инертного газа (диоксид углерода или азот).

5.5 Йодид калия, не содержащий йода и йодатов.

5.6 Насыщенный раствор йодида калия, массовая концентрация $\rho(\text{KI}) = 175$ г/100 мл.

Растворяют около 14 г йодида калия примерно в 8 г свежеекипяченной воды (5.1) при комнатной температуре. Убеждаются, что раствор остается насыщенным (т.е. несколько нерастворенных кристаллов остаются в емкости). Хранят в темноте и готовят свежий раствор каждый день. Проверяют раствор следующим образом: добавляют две капли раствора крахмала к 0,5 мл раствора йодида калия в 30 мл раствора ледяной уксусной кислоты/изооктана (5.4). Если образуется синяя окраска и требуется более одной капли стандартного раствора тиосульфата натрия (5.7) для ее исчезновения, отбрасывают раствор йодида калия.

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

Используют только свежеекипяченную воду (5.1), насколько возможно очищенную азотом, для приготовления этого раствора. Этот раствор можно использовать в течение 1 месяца, и он должен храниться в склянке из янтарного стекла.

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

Переносят с помощью пипетки (6.3) 100 мл 0,1 Н стандартного раствора тиосульфата натрия (5.7) в мерную колбу вместимостью 1 000 мл (6.9). Доводят до метки водой (5.1). После гомогенизации переносят полученный 0,01 Н стандартный раствор тиосульфата натрия в склянку из янтарного стекла.

Готовят свежий 0,01 Н стандартный раствор тиосульфата натрия из 0,1 Н стандартного раствора тиосульфата натрия непосредственно перед использованием или ежедневно определяют его титр. Как показывает опыт, стабильность раствора ограничена и зависит от значения рН и содержания свободного диоксида углерода. Используют только свежеекипяченную воду (5.1), насколько возможно очищенную азотом, для приготовления этого раствора.

5.9 Титрованный раствор йодата калия(V), вторичный эталонный материал, прослеживаемый Национальным институтом стандартов и технологий (NIST), Gaithersburg, MD, USA.

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

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

6.1 Автоматический титратор с процессором, дозирующим устройством, мешалкой и электродами.

При использовании другого прибора методика должна быть оптимизирована для соответствующего прибора. Прибор должен быть способен выполнять динамическое титрование (быстрое вначале, медленное вблизи конечной точки). Необходимо минимизировать время титрования, пока выполняется медленное титрование вблизи конечной точки.

6.2 Комбинированный платиновый электрод.

6.3 Пипетки, вместимостью 0,5 мл, 1 мл, 10 мл и 100 мл. Также можно использовать пригодные автоматические пипетки.

6.4 Измерительные цилиндры, вместимостью 50 мл и 100 мл.

6.5 Аналитические весы, с возможностью считывания до 0,000 1 г.

6.6 Магнитная мешалка, с магнитным стержнем длиной 25 мм и нагревательной плиткой.

6.7 Колба Эрленмейера, вместимостью 250 мл.

6.8 Химический стакан, вместимостью 250 мл, высокий.

6.9 Мерная колба, вместимостью 1 000 мл.

6.10 Мерная колба, вместимостью 250 мл.

6.11 Мерная колба, вместимостью 500 мл.

6.12 Микроволновая печь.

6.13 Слянки из янтарного стекла, вместимостью 1 000 мл.

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.

Гомогенизируют пробу для испытания, предпочтительно, без нагревания и аэрации. Избегают прямого солнечного излучения. Осторожно нагревают твердые пробы для испытания до температуры, которая

на 10 °С выше их температуры плавления, в микроволновой печи. Пробы для испытания с видимыми примесями должны фильтроваться; эта фильтрация должна быть отмечена в протоколе испытания.

Сначала отбирают пробу для анализа для определения пероксидного числа до отбора проб для анализа для любого другого испытания, и сразу же определяют пероксидное число.

9 Методика

9.1 Общие положения

Выполняют все стадии методики при рассеянном дневном свете или при искусственном освещении. Избегают прямого воздействия солнечного света. Убеждаются в том, что все емкости не содержат 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

См.5.8.

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

Взвешивают с точностью до 0,001 г в мерной колбе [250 мл (6.10) или 500 мл (6.11)] от 0,27 г до 0,33 г йодата калия(V) и доводят до метки водой (5.1).

С помощью пипетки (6.3) отбирают 5 мл или 10 мл этого раствора йодата калия(V) в химический стакан вместимостью 250 мл (6.8). Добавляют 60 мл свежеекипяченной воды (5.1), 5 мл HCl (5.10) и 0,5 мл насыщенного раствора йодида калия (5.6).

Титруют этот раствор 0,01 Н стандартным раствором тиосульфата натрия для определения коэффициента 0,01 Н стандартного раствора тиосульфата натрия.

Рассчитывают коэффициент, F , 0,01 Н раствора тиосульфата натрия по следующей формуле:

$$F = \frac{m_{\text{KIO}_3} \cdot V_1 \cdot 6 \cdot 1000 \cdot w_{\text{KIO}_3}}{M_{\text{KIO}_3} \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot c_{\text{thio}} \cdot 100}$$

где

- m_{KIO_3} масса йодата калия, в граммах;
- 6 эквивалентная масса для титра (1 моль $\text{KIO}_3 \Leftrightarrow 3$ моль I_2);
- V_1 объем раствора йодата калия, использованный 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 раствора тиосульфата, использованный для определения, в миллилитрах;
- w_{KIO_3} чистота йодата калия в г/100 г;
- M_{KIO_3} молекулярная масса йодата калия (214 г/моль);
- c_{thio} концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия в молях на литр (0,01 моль/л).

9.3 Определение пероксидного числа

9.3.1 Тщательно продувают очищенную колбу Эрленмейера (6.7) азотом или диоксидом углерода. Взвешивают в колбу с точностью до 0,1 мг:

- a) или 5,0 г \pm 0,1 г пробы для анализа при ожидаемых значениях пероксидного числа от > 1 до 30;
- b) или 10,0 г \pm 0,1 г пробы для анализа при ожидаемых значениях пероксидного числа от 0 до 1.

Пероксидное число является динамичным показателем, который зависит от предыстории пробы для испытания. Кроме того, определение пероксидного числа представляет собой сугубо эмпирическую процедуру и полученное значение зависит от массы пробы для анализа. Пользователям этого международного стандарта следует иметь в виду, что из-за предписанной массы пробы для анализа полученные пероксидные числа могут быть слегка занижены по сравнению с пероксидными числами, полученными на пробах для анализа с меньшей массой. Для некоторых продуктов количество экстрагированного жира/масла может быть ниже 5 г, или пероксидное число жира/масла может превышать 30 мэкв активного кислорода на килограмм. В этих случаях пользователь должен выбрать меньшую массу пробы для анализа. Поскольку масса пробы для анализа влияет на результат, записывают её в протокол вместе с результатом.

9.3.2 Растворяют пробу для анализа в 50 мл раствора ледяной уксусной кислоты/изооктана (5.4) при слабом перемешивании с образованием завихрения.

В случае жиров с высокими температурами плавления (твердые и животные жиры) осторожно добавляют к расплавленному жиру 20 мл изооктана (5.3) при слабом перемешивании с образованием завихрения и затем сразу же добавляют 30 мл ледяной уксусной кислоты (5.2). При необходимости слабо нагревают пробу для анализа.

9.3.3 Добавляют магнитный стержень (6.6) и 0,5 мл насыщенного раствора йодида калия (5.6), перемешивают пробу для анализа на мешалке автоматического титратора (6.1) точно в течение 60 с (используют таймер с точностью до ± 1 с) со средней скоростью, чтобы избежать разбрызгивания.

9.3.4 Сразу же добавляют от 30 мл до 100 мл воды (5.1). Её количество зависит от используемого прибора.

ПРИМЕЧАНИЕ Больше количество воды необходимо из-за инверсии фаз и зависит от используемого прибора. Титрованию подлежит нижняя фаза. При больших количествах воды разность потенциалов между началом и конечной точкой титрования становится большей (~100 мВ). Это приводит к тому, что на кривой титрования наблюдается резкий перелом.

9.3.5 Погружают комбинированный платиновый электрод (6.2) в пробу для испытания и начинают титрование 0,01 Н стандартным раствором тиосульфата натрия (5.8) при перемешивании с высокой скоростью.

9.3.6 В параллельном контрольном опыте необходимо использовать не более 0,1 мл 0,01 Н раствора тиосульфата.

9.3.7 В большинстве титраторов эквивалентная точка оценивается автоматически; в противном случае определяют конечную точку графически, используя точку перегиба.

ПРИМЕЧАНИЕ Типичные кривые титрования по конечной точке показаны на Рисунке А.1.

10 Расчет и выражение результатов

Рассчитывают пероксидное число (обычно известное в промышленности как "PV"), в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм, по следующей формуле:

$$\frac{(V - V_0) \cdot c_{\text{thio}} \cdot F \cdot 1000}{m}$$

где

V	объем раствора тиосульфата натрия, использованный при определении, в миллилитрах;
V_0	объем стандартного раствора тиосульфата натрия, использованный при контрольном опыте, в миллилитрах;
F	коэффициент 0,01 N раствора тиосульфата натрия, определенный согласно 9.2;
c_{thio}	концентрация раствора тиосульфата натрия, в молях на литр;
m	масса пробы для анализа, в граммах.

Записывают результат определения с точностью до первого десятичного знака.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности описываемого метода суммированы в Приложении В. Возможно, что значения, полученные в результате проведения этого межлабораторного испытания, не могут быть применимы к диапазонам концентрации и матрицам, отличным от указанных здесь.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых отдельных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, должно не более чем в 5 % случаев превышать пределы повторяемости, r , приведенные в Таблице В.1 и Таблице В.2.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых отдельных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, должно не более чем в 5 % случаев превышать пределы воспроизводимости, R , приведенные в Таблице В.1 и Таблице В.2.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен устанавливать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания вместе со ссылкой на данный международный стандарт;
- массу(ы) проб(ы) для испытания;
- все подробности, не указанные в настоящем международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;
- полученный(ые) результат(ы) испытания или, в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.