

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 3961

Пятое издание
2013-07-15

Жиры и масла животные и растительные. Определение йодного числа

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine
value*

ISO 3961:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ae7-73de47a097e1/iso-3961-2013>

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



Ссылочный номер
ISO 3961:2013(R)

© ISO 2013

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3961:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e88291b7-96bd-4080-ae7-73de47a097e1/iso-3961-2013>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

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

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения.....	1
4 Принцип	1
5 Реактивы.....	2
6 Аппаратура	2
7 Отбор проб	2
8 Приготовление испытательного образца и навески	3
9 Процедура	3
10 Вычисление.....	4
11 Прецизионность.....	4
11.1 Межлабораторное испытание	4
11.2 Предел повторяемости, r	5
11.3 Предел воспроизводимости, R	5
12 Протокол испытания.....	5
Приложение А (информативное) Межлабораторное испытание.....	6
Приложение В (информативное) Вычисленное йодное число для пищевых масел, кроме рыбьего жира.....	8
Библиография.....	10

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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO осуществляет тесное сотрудничество с международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, использованные для разработки этого документа, и процедуры для его последующего поддержания описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, следует отметить различные критерии одобрения, необходимые для разных типов документов ISO. Проект этого документа был разработан по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2, www.iso.org/directives.

Обращается внимание на то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав. Детали любых патентных прав, идентифицированных при разработке настоящего документа, будут указаны во введении или в списке ISO полученных патентных деклараций, www.iso.org/patents.

Любое фирменное название, используемое в этом документе, указывается только как информация для удобства пользователей и не является рекомендацией.

Комитетом, ответственным за этот документ, является ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитет ПК 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Это пятое издание отменяет и заменяет четвертое издание (ISO 3961:2009), которое было технически пересмотрено.

Жиры и масла животные и растительные. Определение йодного числа

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает эталонный метод для определения йодного числа (общепринятое обозначение в промышленности IV) животных и растительных жиров и масел, в дальнейшем именуемых как жиры.

В Приложении В описывается метод для вычисления IV по данным жирно-кислотного состава. Этот метод не применим для рыбьего жира. Кроме того полученные холодным прессованием, сырые и нерафинированные растительные масла, так же как (частично) гидрогенизированные масла могут дать разные результаты этими двумя методами. На вычисление IV влияют примеси и продукты деградации.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод в Приложении В основан на официальном методе в AOCS Official method Cd 1c-85.^[9]

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы целиком или частично 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, *Масла и жиры животные и растительные. Подготовка образца для испытаний*

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

3.1

йодное число

iodine value

IV

масса галогена, выраженная как масса йода, абсорбированная испытательным образцом согласно установленной процедуре, разделенная на массу этого испытательного образца

Примечание 1 для ввода данных: IV выражается как массовая доля в граммах на 100 г жира.

4 Принцип

Растворяют испытательный образец в растворителе и добавляют реактив Вийса. По истечении установленного времени добавляют йодид калия с водой и проводят титрование выделенного йода раствором тиосульфата натрия.

ПРИМЕЧАНИЕ В Приложении В описывается метод для вычисления IV по данным жирно-кислотного состава. Однако он не предназначен для экспресс-анализа. Этот метод дает два результата из одной аналитической процедуры. Эталонным методом является объемный метод.

5 Реактивы

Используются реактивы только признанного аналитического класса.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Обращается внимание на регламент, который устанавливает правила обращения с опасными веществами. Должны соблюдаться технические, организационные и персональные меры безопасности. Раствор Вийса вызывает серьезные ожоги; пары могут причинить вред легким и глазам. Для работы должен использоваться вытяжной колпак.

5.1 Вода, согласно ISO 3696,^[4] класс 3.

5.2 Йодид калия раствор, массовая концентрация, $\rho(\text{KI}) = 100$ г/л, не содержащий йодата или свободного йода.

5.3 Раствор крахмала. Смешивают 5 г растворимого крахмала в 30 мл воды (5.1) и добавляют к 1 000 мл кипящей воды. Кипятят 3 мин и дают остыть. Готовят свежий раствор крахмала ежедневно.

5.4 Тиосульфат натрия, стандартный титрованный раствор, концентрация вещества $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/л, стандартизован не более чем за 7 дней до использования.

5.5 Растворитель, приготовленный путем смешивания одного объема циклогексана (50 мл) и одного объема ледяной уксусной кислоты (50 мл), объемные доли $\varphi = 50$ мл/100 мл.

5.6 Реактив Вийса, содержащий монохлорид йода в уксусной кислоте. Отношение I/Cl в реактиве Вийса должно быть в пределах $1,10 \pm 0,1$. Реактив Вийса чувствителен к температуре, влаге и свету. Его следует хранить в темноте при <30 °С.

Используется готовый реактив Вийса. Следует соблюдать срок годности реактива.

6 Аппаратура

Используются обычные лабораторные приборы и, в частности, следующие.

6.1 Стекланные весовые лодочки, подходящие для навески и для опускания в колбы (6.2).

6.2 Конические колбы, вместимостью 500 мл, с притертыми стекланными пробками и полностью сухие.

6.3 Аналитические весы, считываемость 0,0001 г, точность взвешивания 0,001 г.

6.4 Мерная колба, вместимостью 1 000 мл, ISO 1042,^[3] класс А.

6.5 Пипетка, вместимостью 25 мл, автоматическая, ISO 8655,^[7] или ISO 648,^[2] класс А, с грушей для всасывания.

6.6 Бюретка, вместимостью 25 мл и 50 мл, градуированная с делениями 0,1 мл, ISO 385,^[1] класс А, автоматический титратор, ISO 8655,^[8] в качестве альтернативы.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в этом стандарте. Рекомендованный метод отбора проб дан в ISO 5555.^[5]

Важно, чтобы лаборатория получила действительно представительную пробу, которая не была повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

8 Приготовление испытательного образца и навески

Образец готовят методом, описанным в ISO 661.

Согласно ожидаемому для образца йодному числу отбирают в стеклянную весовую лодочку (6.1) навеску (6.3) с точностью 0,001 г или 0,000 5 г, масса которой указана в Таблице 1.

Если ожидаемое йодное число неизвестно, предварительно анализируют разные испытательные образцы. Масса образца должна быть такой, чтобы избыток реактива Вийса составлял между 50 % и 60 % добавленного количества, т.е. от 100 % до 150 % абсорбированного количества.

Таблица 1 — Первоначальная (теоретическая) масса испытательного образца для ожидаемого йодного числа

Ожидаемое йодное число	Первоначальная масса для избытка 150 %	Первоначальная масса для избытка 100 %	Точность первоначальной массы	Смесь растворителя
	г	г	г	мл
<3	10	10	0,001	25
3	8,461	10,576	0,001	25
5	5,077	6,346	0,001	25
10	2,538	3,173	0,001	20
20	0,846	1,586	0,001	20
40	0,634	0,793	0,001	20
60	0,432	0,529	0,001	20
80	0,317	0,397	0,001	20
100	0,254	0,317	0,000 5	20
120	0,212	0,264	0,000 5	20
140	0,181	0,227	0,000 5	20
160	0,159	0,198	0,000 5	20
180	0,141	0,176	0,000 5	20
200	0,127	0,159	0,000 5	20

9 Процедура

9.1 Помещают стеклянную лодочку, содержащую навеску, в 500-мл коническую колбу (6.2) и добавляют объем растворителя (5.5), указанный в Таблице 1. Пипеткой (6.5) добавляют 25,00 мл реактива Вийса (5.6.). Вставляют пробку, перемешивают круговыми движениями содержимое и помещают колбу в темное место.

Расплавляют и растворяют жиры и масла с IV=20 или меньше (твердые или затвердевшие жиры) в теплом растворителе (60 °C). Также рекомендуется, чтобы все колбы и реактивы нагревались перед использованием. Сосуды должны использоваться закрытыми для избежания испарения и изменения концентрации во время нагрева реактивов.

ПРИМЕЧАНИЕ Лодочка остается в колбе.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Недопустимо засасывать реактив Вийса в пипетку ртом.

9.2 Готовят холостое испытание с растворителем и реактивом согласно 9.1, но без испытательного образца.

9.3 Для образцов, имеющих йодное число ниже 150, оставляют колбы в темноте на 1 ч. Для образцов с йодным числом выше 150 и для полимеризованных продуктов и масел, содержащих сопряженные жирные кислоты (например, танговое масло, дегидрированное касторовое масло), и любых масел, содержащих жирные кетокислоты (например, некоторые сорта гидрогенизированного касторового масла), и продуктов, окисленных в значительной степени, колбы оставляют в темноте на 2 ч.

9.4 По истечении времени реакции (9.3) добавляют 20 мл йодида калия (5.2) и 150 мл воды (5.1). Титруют стандартным раствором тиосульфата натрия (5.4), пока желтая окраска, обусловленная йодом, почти не исчезнет. Добавляют несколько капель раствора крахмала (5.3) и продолжают титрование, пока голубая окраска не исчезнет после интенсивного встряхивания. Записывают объем, V_2 , раствора тиосульфата натрия, требуемый для достижения конечной точки. Допустимо также потенциометрическое определение конечной точки.

9.5 Параллельно проводят определение с использованием холостого раствора (9.2). Для холостого определения по 9.4 записывают объем раствора тиосульфата натрия, требуемый для достижения конечной точки как V_1 .

10 Вычисление

Вычисляют йодное число (общеизвестное в промышленности как IV) в граммах на 100 г жира, используя следующую формулу.

$$w_I = \frac{12,69 \times c(V_1 - V_2)}{m}$$

где

- c концентрация, в молях на литр, раствора тиосульфата натрия (5.4);
- V_1 объем, в миллилитрах, раствора тиосульфата натрия, используемого в холостом испытании;
- V_2 объем, в миллилитрах, раствора тиосульфата натрия, используемого для определения;
- m масса, в граммах, навески.

Результаты округляют, как показано в Таблице 2.

Таблица 2 — Округление результатов

IV г/100 г	Округление до
≤ 60	0,1
> 60	1

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Детали межлабораторного испытания прецизионности данного метода суммированы в Приложении А. Возможно, что значения, полученные в этом межлабораторном испытании, не применимы к диапазонам концентраций и матрицам, которые здесь не указаны.

11.2 Предел повторяемости, r

Предел повторяемости, r , является значением, которое меньше или равно значению, которое может ожидаться с вероятностью 95 % для абсолютной разности между двумя результатами испытания, полученными в условиях повторяемости.

Условия повторяемости являются условиями, когда независимые результаты испытания получены одним и тем же методом на идентичных испытательных образцах в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим то же самое оборудование, в короткие промежутки времени.

11.3 Предел воспроизводимости, R

Предел воспроизводимости, R , является значением, которое меньше или равно значению, которое может ожидаться с вероятностью 95 % для абсолютной разности между двумя результатами испытания, полученными в условиях воспроизводимости

Условия воспроизводимости являются условиями, когда независимые результаты испытания получены одним и тем же методом на идентичных испытательных образцах в различных лабораториях различными операторами, использующими разное оборудование, в короткие промежутки времени.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать как минимум следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- b) используемый метод отбора проб, если известно;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на этот международный стандарт (ISO 3961:2013);
- d) все рабочие детали, не установленные в этом международном стандарте или рассматриваемые как факультативные, вместе с деталями всех инцидентов, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;
- e) полученный(е) результат(ы) испытания;
- f) если проверялась повторяемость, последний цитируемый результат, который был получен.

Приложение А (информативное)

Межлабораторное испытание

Прецизионность данного метода была установлена в международном межлабораторном испытании, проведенном согласно ISO 5725.^[6] Испытание было организовано Немецким институтом стандартов (DIN) в 2011.

Статистические результаты приведены в Таблицах А1 – А3.

Таблица А.1 — Статистические результаты для метода с применением реактива Вейса

Параметр	Образец							
	А	В	С	Д	Е	Ф	Г	Н
	Затвердевшее растительное масло	Кокосовое масло	Молочный жир	Пальмовый жир	Оливковое масло	Рапсовое масло	Подсолнечное масло	Рыбий жир
Количество участвующих лабораторий	15	18	19	19	19	19	19	19
Количество лабораторий после исключения выбросов	12	15	17	17	17	17	16	18
Количество индивидуальных испытаний во всех лабораториях	24	30	34	32	34	34	32	36
Среднее, \bar{w}_I, г/100 г	0,78	8,33	32,99	51,18	81,5	113,1	124,9	199,1
Стандартное отклонение повторяемости, s_r , г/100 г	0,07	0,07	0,17	0,21	0,6	0,8	0,6	1,1
Коэффициент вариации повторяемости, %	9,1	0,9	0,5	0,4	0,7	0,7	0,5	0,6
Предел повторяемости, r (2,8 s_r), г/100 г	0,20	0,20	0,48	0,59	1,7	2,2	1,7	3,1
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , г/100 г	0,11	0,13	0,55	0,50	1,2	1,4	1,4	5,5
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	14,6	1,6	1,7	1,0	1,5	1,2	1,1	2,7
Предел воспроизводимости, R (2,8 s_R), г/100 г	0,32	0,36	1,54	1,40	3,4	3,9	3,9	15,3