ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 3961— 2010

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение йодного числа

ISO 3961:2009
Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine value (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила изменения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС»), Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ «ВНИИЖ Россельхозакадемии») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 705-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 3961:2009 «Жиры и масла животные и растительные. Определение йодного числа» (ISO 3961:2009 «Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine value»).

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве международным стандартам) приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 Реактивы . . . 2
6 Оборудование . . . 2
7 Отбор проб . . . 2
8 Подготовка испытуемой пробы . . . 2
9 Выполнение определения . . . 2
10 Обработка результатов . . . 3
11 Прецизионность . . . 4
Приложение А (справочное) Метод расчета значения йодного числа . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве международным стандартам) . . . 6
Библиография . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение йодного числа

Animal and vegetable fats and oils.
Determination of iodine value

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения йодного числа животных и растительных жиров и масел (далее — жиры).

Приложение А описывает метод расчета йодного числа, исходя из жирно-кислотного состава. Данный метод неприменим к рыбьему жиру.

Примечание — Метод, приведенный в приложении А, основан на AOCS[1)] Recommended Practice Cd 1c-85 [1].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ИСО 661:2003 Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания

ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **йодное число** (iodine value, IV), w_I: Масса галогена в пересчете на йод, поглощенная пробой в условиях стандартизованной процедуры, деленная на массу пробы.

Примечание — Йодное число выражают в граммах на 100 г жира.

4 Сущность метода

Пробу растворяют в растворителе и добавляют реактив Вийса. По истечении установленного интервала времени добавляют йодид калия и воду, затем выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия.

Примечание — Приложение А описывает метод расчета йодного числа, исходя из жирно-кислотного состава. Однако этот метод не является ускоренным. Данный метод дает два результата на основе одной аналитической процедуры. Титриметрический метод является арбитражным.

[1)] Американское общество химиков-жировиков.

Издание официальное

5 Реактивы

Используют реактивы только пригодной для анализа степени чистоты и воду в соответствии с ИСО 3696, степень чистоты 3.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Следует соблюдать все правила обращения с опасными веществами. Необходимо принимать меры технической, организационной и личной безопасности.

5.1 Калия йодид, раствор концентрацией $\rho(KI) = 100$ г/дм^3, не содержащий йодатов или свободного йода.

5.2 Раствор крахмала: смешивают 5 г растворимого крахмала с 30 см^3 воды и добавляют к 1000 см^3 кипящей воды. Кипятят в течение 3 мин и дают охладиться. Ежедневно готовят свежий раствор крахмала.

5.3 Натрия тиосульфат, стандартный раствор для титрования, концентрацией $c(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O) = 0{,}1$ моль/дм^3, уточненной не более чем за семь дней до использования.

5.4 Растворитель, приготовленный смешиванием 50 см^3 циклогексана и 50 см^3 безводной уксусной кислоты.

5.5 Реактив Вийса, содержащий монохлорид йода в уксусной кислоте. Соотношение I/Cl в реактиве Вийса должно быть в пределах $(1{,}1 \pm 0{,}1)$.

Следует использовать готовый реактив Вийса. Следует соблюдать срок годности данного реактива.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, приведенное ниже.

6.1 Ложечки стеклянные, пригодные для взвешивания пробы и для помещения в колбы (6.2).

6.2 Конические колбы вместимостью 500 см^3, со шлифованными стеклянными пробками.

6.3 Весы аналитические, позволяющие взвешивать с точностью $\pm$ 0,001 г.

6.4 Колба мерная вместимостью 1000 см^3 по [2], класс А.

6.5 Пипетка вместимостью 25 см^3, автоматическая или по [3], класс А, оснащенная грушей для всасывания.

7 Отбор проб

Лабораторией должна быть получена представительная проба. Она не должна быть повреждена или изменена в процессе транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, устанавливаемого в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб — по [4].

8 Подготовка испытуемой пробы

Испытуемую пробу готовят в соответствии с методом, приведенным в ИСО 661.

9 Выполнение определения

9.1 Анализируемая проба и приготовление холостого раствора

9.1.1 В зависимости от ожидаемого йодного числа испытуемую пробу взвешивают, с точностью 0,001 г, в стеклянной ложечке для взвешивания (6.1), массой, указанной в таблице 1.

Таблица 1

Ожидаемое йодное число w_1, г/100 г	Масса порции пробы m, г	Объем растворителя V, см^3
$w_1 < 1,5$	15,00	25
$1,5 \le w_1 < 2,5$	10,00	25
$2,5 \le w_1 < 5$	3,00	20
$5 \le w_1 < 20$	1,00	20
$20 \le w_1 < 50$	0,40	20
$50 \le w_1 < 100$	0,20	20
$100 \le w_1 < 150$	0,13	20
$150 \le w_1 < 200$	0,10	20
Примечание — Масса пробы должна быть такой, чтобы имелся избыток реактива Вийса в количестве от 50 % до 60 % добавляемого количества, т. е. от 100 % до 150 % прореагировавшего количества.		

9.2 Определение

9.2.1 Стеклянную ложечку, содержащую пробу, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 (6.2) и добавляют объем растворителя (5.4), указанный в таблице 1. Добавляют 25,00 см^3 реактива Вийса (5.5) при помощи пипетки (6.5). Закрывают колбу пробкой, перемешивают содержимое круговыми движениями и помещают колбу в темное место.

Примечание — Ложечка остается в колбе.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Недопустимо засасывать реактив в пипетку ртом.

9.2.2 Готовят холостой раствор, используя растворитель и реактив, как это описано в 9.2.1, без внесения пробы.

9.2.3 В случае проб, имеющих йодное число менее 150, колбы выдерживают в темноте в течение 1 ч.

В случае проб с йодным числом более 150, а также полимеризованных продуктов и масел, содержащих жирные кислоты с сопряженными двойными связями (таких как тунговое масло, дегидратированное касторовое масло), любых масел, содержащих жирные кетокислоты (таких как некоторые сорта гидрогенизированного касторового масла), и продуктов со значительной степенью окисления колбы выдерживают в темноте в течение 2 ч.

9.2.4 По окончании реакции (9.2.3) добавляют 20 см^3 йодида калия (5.1) и 150 см^3 воды.

Содержимое колбы титруют стандартным раствором тиосульфата натрия (5.3) до тех пор, пока обусловленная йодом желтая окраска практически не исчезнет. Добавляют несколько капель раствора крахмала (5.2) и продолжают титрование, пока не исчезнет синяя окраска сразу после очень энергичного встряхивания. Отмечают объем раствора тиосульфата натрия V_2, пошедший на титрование. Возможно также потенциометрическое титрование.

9.2.5 Проводят определение, используя при этом холостой раствор (9.2.2). В холостом определении (9.2.4) регистрируют объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, V_1.

10 Обработка результатов

Йодное число w_1, г/100 г жира, рассчитывают по формуле

$$w_1 = \frac{12,69 \cdot c(V_1 - V_2)}{m},$$

где c — концентрация раствора тиосульфата натрия (5.3), моль/дм^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, используемый в холостом определении, см^3;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см^3;

m — масса пробы, г.

Результат округляют, как это указано в таблице 2.

Таблица 2

Йодное число w_I, г/100 г	Округление
$w_I < 20$	До 0,1
$20 \le w_I < 60$	До 0,5
$w_I \ge 60$	До 1

11 Прецизионность

11.1 Общие положения

Приведенные значения могут быть неприменимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных.

11.2 Сходимость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода применительно к идентичному испытуемому материалу в той же лаборатории, одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого периода времени, должно быть не более, чем значения *r*, приведенные в таблице 3.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода применительно к идентичному испытуемому материалу в различных лабораториях, различными операторами с использованием различного оборудования, должно быть не более, чем значения *R*, приведенные в таблице 3.

Таблица 3

Йодное число w_I, г/100 г	Предел сходимости *r*	Предел воспроизводимости *R*
$w_I < 20$	0,2	0,7
$20 \le w_I < 50$	1,3	3,0
$50 \le w_I < 100$	2,0	3,0
$100 \le w_I < 135$	3,5	5,0

Приложение А
(справочное)

Метод расчета значения йодного числа

А.1 Общие положения

Данное приложение описывает метод расчета йодного числа пищевых масел исходя из жирно-кислотного состава, определяемого газовой хроматографией метиловых эфиров жирных кислот. Он применим к триглицеридам и свободным жирным кислотам, а также к продуктам их гидрогенизации. Для масел с содержанием неомыляемых веществ, превышающим 0,5 % (например, для рыбьего жира), расчеты часто дают заниженные значения и, таким образом, не применяются.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Хотя данная процедура и дает значение йодного числа, она не является ускоренным методом. Данный метод дает два результата на основе одного анализа.

А.2 Процедура

А.2.1 Определяют жирно-кислотный состав масла или смеси жирных кислот.

А.2.2 Рассчитывают значения йодного числа группы компонентов, как это описано в А.2.2.1 и А.2.2.2.

Примечание — Расчеты часто дают заниженные значения для продуктов с низкими значениями йодного числа.

А.2.2.1 Триглицериды

Значение йодного числа для триглицеридов w_{I1}, рассчитывают по формуле

$$w_{I1} = w_{16:1} \cdot 0{,}950 + w_{18:1} \cdot 0{,}860 + w_{18.2}\ 1{,}732 + w_{18:3} \cdot 2{,}616 + w_{20:1} \cdot 0{,}785 + w_{22:1} \cdot 0{,}723.$$

А.2.2.2 Свободные жирные кислоты

Значение йодного числа для свободных жирных кислот w_{I2} рассчитывают по формуле

$$w_{I2} = w_{16:1} \cdot 0{,}9976 + w_{18:1} \cdot 0{,}8986 + w_{18:2}\ 1{,}810 + w_{18:3} \cdot 2{,}735 + w_{20:1} \cdot 0{,}8175 + w_{22:1}\ 0{,}7497,$$

где $w_{16:1}$ — массовая доля гексадеценовой кислоты, %;

$w_{18:1}$ — массовая доля октадеценовой кислоты, %;

$w_{18.2}$ — массовая доля октадекадиеновой кислоты, %;

$w_{18:3}$ — массовая доля октадекатриеновой кислоты, %;

$w_{20:1}$ — массовая доля эйкозеновой кислоты, %;

$w_{22:1}$ — массовая доля докозеновой кислоты, %.

Нижние индексы в формате $n_C N_{эле}$ обозначают число атомов углерода в молекуле n_C, за которым следует количество двойных связей $N_{эле}$.

Рассчитанные значения йодного числа, полученные на основе газохроматографического (ГХ) определения жирно-кислотного состава нетриглицеридных жировых продуктов, таких как неполные эфиры глицерина, неполные эфиры сорбитола/сорбитана/изосорбида, неполные эфиры полиоксиэтилена сорбитола/сорбитана/изосорбида или глицерина, представляют собой рассчитанные значения йодного числа только жирных кислот, используемых для приготовления неполных эфиров. Для получения истинных значений йодного числа неполных эфиров нежирных кислот и многоатомных спиртов, оказывающих разбавляющий эффект, необходимо использовать метод определения йодного числа с хлорированным реактивом Вийса. Значения йодного числа неполных эфиров, полученные при использовании метода Вийса, меньше, чем значения, полученные при помощи ГХ, из-за разбавляющего эффекта многоатомного спирта.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве международным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 661:2003	—	*
ИСО 3696:1987	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- MOD — модифицированный стандарт.

Библиография

[1] Рекомендуемая практика AOCS, Cd 1c-85 Йодное число, рассчитанное на основе ГЖХ

[2] ИСО 1042:1998 Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой

[3] ИСО 648:2008 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

[4] ИСО 5555:2001 Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб

УДК 636.087.07:006.354 ОКС 67.200.10 Н59 ОКСТУ 9141

Ключевые слова: жиры, масла животные и растительные, йодное число, реактив Вийса, триглицериды, жирные кислоты

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 22.02.2012. Подписано в печать 28.03.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 181 экз. Зак. 263.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru