МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 3960— 2013

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение перекисного числа

Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

(ISO 3960:2007, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 335)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июня 2013 г. № 57-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3960:2007 Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination (Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 11 «Животные и растительные жиры и масла» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 06 сентября 2013 г. № 850-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3960–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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, 2014

В Российской Федерации 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

Введение

На протяжении многих лет были разработаны различные методы определения содержания перекисей 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 перекисных 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 перекисного 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 перекисными числами от 0 миллиэквивалентов до 30 миллиэквивалентов активного кислорода на килограмм. Пользователю настоящего стандарта следует знать, что полученные результаты могут быть слегка занижены по сравнению с результатами предшествующих стандартов.

Поправка к ГОСТ ISO 3960—2013 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2. Нормативные ссылки	—	ГОСТ 4202—75 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия
Пункт 5.11	**5.11 Йодат калия (KIO_3), эталон для определения титра*.**	**5.11 Калий йодноватокислый** по ГОСТ 4202—75 (йодат калия), квалификации х. ч. или ч. д. а.
Сноска к пункту 5.11	* ГСО 7104—94	—

(ИУС № 6 2015 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение перекисного числа

Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

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

Дата введения – 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод йодометрического определения перекисного числа животных и растительных жиров и масел с визуальным обнаружением конечной точки.

Перекисное число является мерой количества кислорода, химически связанного в масле или жире в виде перекисей, особенно гидроперекисей.

Метод применим ко всем животным и растительным жирам и маслам, жирным кислотам и их смесям с перекисными числами от 0 мэкв до 30 мэкв (миллиэквивалентов) активного кислорода на килограмм.

Допускается применять метод по отношению к маргаринам и спредам с различным содержанием влаги.

Данный метод не пригоден для молочных жиров и не применим к лецитинам.

Метод определения перекисного числа является эмпирическим, а полученное значение зависит от массы пробы. В зависимости от заданной массы пробы полученные перекисные числа могут быть немного занижены по сравнению с числами, полученными для меньшей массы пробы.

Примечание 1 – Предпочтительный метод йодометрического определения перекисного числа в молочных жирах установлен в [1].

Примечание 2 – Метод потенциометрического определения перекисного числа приведен в [2].

2 Нормативные ссылки

Приведенные ниже ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего стандарта. Датированные ссылки предполагают возможность использования только указанного издания документа. В случае недатированных ссылок используют последнее издание документа, включая все дополнения.

ISO 661:2003 Animal and vegetable fats and oils. Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте используются следующие термины с соответствующими определениями

3.1 **перекисное число (peroxide value, PV):** Количество в пробе веществ, выраженных в виде активного кислорода, которые окисляют йодид калия в условиях, определенных в настоящем стандарте.

Примечание – Перекисное число обычно выражают в миллиэквивалентах (мэкв) 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 перекисного числа (мэкв активного кислорода на кг) на эквивалентную массу кислорода (равную 8) получают миллиграммы активного кислорода на килограмм масла.

4 Сущность метода

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

5 Реактивы

5.1 Общие положения

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

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

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

5.3 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).

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

5.5 Раствор ледяной уксусной кислоты/изооктана, приготовленный смешиванием 60 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и 40 $см^3$ изооктана (объемная доля ледяной уксусной кислоты: φ = 60 $см^3$/100 $см^3$ и объемная доля изооктана: φ = 40 $см^3$/100 $см^3$).

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

5.6 Йодид калия, не содержащий йода и йодатов.

5.7 Насыщенный раствор йодида калия, массовая концентрация ρ = 175 г/100 $см^3$. Растворяют приблизительно 14 г йодида калия примерно в 8 г свежекипяченой 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 $см^3$ йодида калия в 30 $см^3$ раствора ледяной уксусной кислоты/изооктана. Если для образования синей окраски требуется более одной капли стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/$дм^3$, отбрасывают раствор йодида калия.

5.8 Стандартный раствор тиосульфата натрия, $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/ $дм^3$

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

5.9 Стандартный раствор тиосульфата натрия, $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,01 моль/$дм^3$ (см. 9.2)

Необходимо ежедневно перед использованием или для определения титра готовить свежий раствор из стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/$дм^3$. Стабильность раствора ограничена и зависит от значения pH и содержания свободного диоксида углерода. Для разбавления используют только свежекипяченую воду, желательно продутую азотом.

5.10 Раствор крахмала, массовая концентрация ρ = 1 г/100 $см^3$. Смешивают 0,5 г крахмала в небольшом количестве холодной воды. При помешивании добавляют эту смесь к 50 $см^3$ 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.

5.11 Йодат калия (KIO_3), эталон для определения титра*.

5.12 Соляная кислота, c(HCl) = 4 моль/$дм^3$.

* ГСО 7104 – 94.

6 Аппаратура

6.1 Общие положения

При проведении испытания используют общеупотребительные лабораторную посуду и оборудование, в частности, перечисленные ниже:

6.2 Колба Эрленмейера, вместимостью 250 см^3, с притертым горлом и притертой стеклянной пробкой.

6.3 Бюретка, вместимостью 10 см^3 или 25 см^3, с ценой деления, по меньшей мере, 0,05 см^3, желательно с автоматической установкой на нуль (шариковые титраторы).

6.4 Ручное или автоматическое дозировочное устройство, вместимостью 20 см^3, с разрешением, по меньшей мере, 10 мкл и точностью ± 0,15 % (например, бюретка с поршнем).

6.5 Пипетки, вместимостью 0,5; 1; 10 и 100 см^3 (или автоматические пипетки).

6.6 Мерные цилиндры, вместимостью 50 и 100 см^3.

6.7 Аналитические весы, с возможностью считывания до 0,0001 г.

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

6.9 Мерная колба, вместимостью 1000 см^3.

6.10 Мерная колба, вместимостью 250 см^3.

6.11 Мерная колба, вместимостью 500 см^3.

6.12 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 перекисного числа. Подходящие условия должны проверяться заблаговременно.

7 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в [3].

Важно, чтобы лаборатория получила пробу, которая действительно является репрезентативной и не претерпела повреждений или изменений в процессе транспортирования или хранения.

8 Подготовка пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

Проба для определения перекисного числа должна отбираться первой и перекисное число должно определяться незамедлительно.

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

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

9 Проведение испытания

9.1 Общие положения

Выполняют все операции при рассеянном дневном или искусственном свете. Избегают прямого солнечного света. 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 стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3

9.2.1 Приготовление стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3

С помощью пипетки (6.5) переносят 100 см^3 стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 (5.8) в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 (6.9). Разбавляют до метки

свежекипяченой водой (5.2). После гомогенизации переносят полученный стандартный раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 в склянку из янтарного стекла.

Ежедневно перед использованием или для определения титра готовят свежий стандартный раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 из стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3. Стабильность раствора ограничена и зависит от значения pH и содержания свободного диоксида углерода. Для разбавления используют только свежекипяченую воду, желательно продутую азотом.

9.2.2 Определение титра стандартного раствора тиосульфата натрия (определение коэффициента) концентрацией 0,01 моль/дм^3

Взвешивают с точностью до 0,001 г в мерной колбе (250 см^3 или 500 см^3) (6.10 или 6.11) от 0,27 г до 0,33 г йодата калия (KIO_3), разбавляют до метки свежекипяченой водой (5.2) и охлаждают.

С помощью пипетки (6.5) переносят 5 см^3 или 10 см^3 этого раствора йодата калия в колбу Эрленмейера вместимостью 250 см^3 (6.2). Добавляют 60 см^3 свежекипяченой воды, 5 см^3 соляной кислоты концентрацией 4 моль/дм^3 и 25 мг – 50 мг йодида калия (5.6) или 0,5 см^3 насыщенного раствора йодида калия (5.7).

Титруют этот раствор йодометрическим (визуальным) методом для определения коэффициента для стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 (см. 9.2.1).

Рассчитывают точную концентрацию, c_{stand}, стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 по следующей формуле

$$c_{stand} = \frac{m_{KIO_3} \cdot V_1 \cdot 6 \cdot 1000 \cdot \rho_{KIO_3}}{M_{KIO_3} \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot c_{theo} \cdot 100} \quad (1)$$

где m_{KIO_3} – масса йодата калия, в граммах;

6 – эквивалентная масса для определения титра (1 моль KIO_3 = 3 молям I_2);

V_1 – объем раствора йодата калия, использованного для определения титра (5 или 10 см^3);

V_2 – общий объем раствора йодата калия, в миллилитрах (250 или 500 см^3);

V_3 – объем стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, использованного для определения, в см^3;

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

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

c_{theo} – приблизительная концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, в молях на дм^3 (= 0,01).

9.3 Определение перекисного числа

9.3.1 Продувают тщательно очищенную колбу Эрленмейера (6.2) азотом или диоксидом углерода. Взвешивают в колбе с точностью до 0,1 мг:

а) 5,0 г ± 0,1 г пробы для испытания для ожидаемых значений перекисного числа от 1 до 30; или

б) 10,0 г ± 0,1 г пробы для испытания для ожидаемых значений перекисного числа от 0 до 1.

Перед использованием колбу Эрленмейера промывают раствором ледяной уксусной кислоты/изооктана (5.5), чтобы гарантировать, что в колбе не содержится каких-либо окислителей или восстановителей.

9.3.2 Растворяют пробу для испытания в 50 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты/изооктана при осторожном перемешивании до полного растворения.

В случае жиров с высокими точками плавления (твердые и животные жиры) осторожно добавляют к расплавленному жиру 20 см^3 изооктана (5.4) при осторожном перемешивании до полного растворения, и затем сразу же добавляют 30 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.3). Кроме того, при необходимости, слабо нагревают пробу для испытания.

9.3.3 Добавляют 0,5 см^3 насыщенного раствора йодида калия (5.7). Закрывают колбу Эрленмейера и перемешивают на магнитной мешалке (6.8) 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 см^3 деминерализованной воды, промывают притертую стеклянную пробку и перемешивают до полного растворения.

9.3.5 Сразу же титруют выделяемый йод стандартным раствором тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 (5.9) от желто-оранжевой до бледно-желтой окраски раствора, а после добавления 0,5 см^3 раствора крахмала (5.10) – 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 стандартным раствором тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 (5.9).

Примечание 2 – Если перекисное число ниже 1, то раствор крахмала можно добавлять в начале титрования.

9.3.6 При параллельном контрольном опыте должно расходоваться не более 0,1 см^3 раствора тиосульфата концентрацией 0,01 моль/дм^3. Если это значение при контрольном опыте выше, то заменяют насыщенный раствор йодида натрия, так как он может быть непригодным.

10 Обработка результатов

Перекисное число PV, мэкв активного кислорода на килограмм, рассчитывают по следующему уравнению

$$\mathrm{PV} = \frac{(V - V_0) \cdot c_{thio} \cdot c_{stand} \cdot 1000}{m} \qquad (2)$$

где V – объем стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, израсходованного для определения, в см^3;

V_0 – объем стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, израсходованного для контрольного опыта, в см^3;

c_{stand} – точная концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, определенная в соответствии с 9.2, в молях на дм^3;

c_{thio} – приблизительная концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, в молях на дм^3 (= 0,01);

m – масса пробы для испытания, в граммах.

Результат определения должен записываться в протокол испытания 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 лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения r, приведенные в таблицах А.1 и А.2.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения R, приведенные в таблицах А.1 и А.2.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод испытания вместе со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все подробности, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания;

e) полученный(ые) результат(ы) испытания или, в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат;

f) была ли выбрана пользователем или нет меньшая масса пробы.

Поскольку масса пробы влияет на результат, это должно быть указано в протоколе испытания вместе с результатом.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Межлабораторное совместное испытание, включающее 23 лаборатории в 9 странах, было проведено на следующих пробах:

A: Рафинированное подсолнечное/рапсовое масло (1:1)
B: Оливковое масло (смесь рафинированного масла и масла однократного прессования)
C: Оливковое масло однократного прессования сорта экстра
D: Оливковое масло однократного прессования сорта экстра
E: Рапсовое масло, подвергнутое старению
F: Оливковое масло Lampante
G: Твердый животный жир
H: Лярд
I: Пальмовое масло
J: Пальмовый стеарин
K:Кокосовое масло

Межлабораторное испытание было организовано Немецким институтом стандартов (DIN) в 2004/2005 гг. Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с [4] и [5], в результате чего были получены данные по прецизионности, приведенные в таблице А.1.

Таблица А.1 — Испытание масел, которые являются жидкими при комнатной температуре

	Проба					
	A	B	C	D	E	F
Количество участвующих лабораторий	23	23	21	23	23	23
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	21	21	18	22	23	22
Количество результатов испытания в оставшихся лабораториях	42	42	36	44	46	44
Среднее значение, мэкв/кг	1,63	3,21	8,34	12,04	19,02	26,92
Среднее квадратическое отклонение повторяемости, s_r, мэкв/кг	0,10	0,08	0,25	0,26	0,36	0,33
Относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости, %	6,0	2,6	3,0	2,2	1,9	1,2
Предел повторяемости, r ($r = 2,8\ s_r$), мэкв/кг	0,27	0,23	0,69	0,73	1,01	0,92
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, s_R, мэк в/кг	0,22	0,46	0,80	1,07	1,71	3,06
Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, %	13,3	14,2	9,6	8,9	9,0	11,4
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8\ s_R$), мэкв/кг	0,61	1,28	2,25	3,00	4,78	8,57

Таблица А.2 — Испытание жиров, которые являются твердыми при комнатной температуре

	Проба					
	G	H	I	J	K (5 г)	K (10 г)
Количество участвующих лабораторий	16	16	16	16	16	16
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	15	15	14	12	13	11
Количество результатов испытания в оставшихся лабораториях	30	30	28	24	26	22
Среднее значение, мэкв/кг	1,60	3,67	2,99	4,77	0,55	0,71
Среднее квадратическое отклонение повторяемости, s_r, мэкв/кг	0,07	0,09	0,08	0,17	0,06	0,04
Относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости, %	4,6	2,3	2,7	3,66	11,4	6,0
Предел повторяемости, r ($r = 2,8\ s_r$), мэкв/кг	0,20	0,24	0,22	0,49	0,17	0,12
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, s_R, мэкв/кг	0,45	0,48	0,44	0,27	0,19	0,25
Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, %	28,0	13,0	14,7	5,6	34,7	34,8
Предел воспроизводимости, R ($R = 2,8\ s_R$), мэкв/кг	1,25	1,33	1,23	0,75	0,53	0,69

Библиография

[1] ISO 3976:2006 Жир молочный. Определение пероксидного числа

[2] ISO 27107:2008 Жиры и масла животные и растительные. Определение пероксидного числа. Потенциометрическое определение по конечной точке

[3] ISO 5555:2001 Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб

[4] ISO 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения

[5] ISO 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения

УДК 637.2:665.2:006.354 МКС 67.200.10 IDT

Ключевые слова: жиры и масла животные и растительные, перекисное число, йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке, термины и определения, сущность метода, реактивы, аппаратура, отбор проб, подготовка пробы для испытания, проведение испытания, обработка результатов, прецизионность метода, протокол испытания

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. Зак. 1719.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Изменение № 1 ГОСТ ISO 3960—2013 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 79-П от 27.08.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11375

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, TJ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Шестой абзац дополнить словами (перед первым предложением): «Перекисное число — динамичный параметр, и его значение зависит от изменений, происходящих в пробе» .

Пункт 5.7. Второй абзац. Третье и четвертое предложения изложить в новой редакции:

«Проверяют раствор следующим образом. добавляют две капли раствора крахмала к 0,5 см^3 данного раствора йодида калия, смешанного с 30 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты/изооктана (5.5). Если образуется синяя окраска и если для ее устранения требуется более одной капли стандартного раствора тиосульфата натрия (5.8), то раствор йодида калия не используют».

Пункт 5.8. Первый абзац. Заменить слово: «янтарного» на «темного».

Пункт 9.1. Второй абзац. Заменить слово: «янтарного» на «темного».

Подпункт 9.2.1. Первый абзац. Заменить слово: «янтарного» на «темного».

Подпункт 9.2.2. Наименование изложить в новой редакции:

«9.2.2 Определение титра стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 (определение поправочного коэффициента)»;

первый абзац после слов «и охлаждают» дополнить словами: «до комнатной температуры»;

третий и четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Титруют этот раствор, используя йодометрический (визуальный) метод, для определения поправочного коэффициента для стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 (см. 9.2.1).

Рассчитывают поправочный коэффициент F раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 по формуле

$$F = \frac{m_{KIO_3} V_1 \cdot 6 \cdot 1000 \cdot w_{KIO_3}}{M_{KIO_3} V_2 V_3 c_{тн} \cdot 100}, \quad (1)$$

где m_{KIO_3} — масса йодата калия, г;

6 — эквивалентная масса для определения титра (1 моль KIO_3 эквивалентен 3 молям I_2);

V_1 — объем раствора йодата калия, использованного для определения титра, см^3 (5 или 10 см^3);

V_2 — общий объем раствора йодата калия, см^3 (250 или 500 см^3);

V_3 — объем раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, использованного для определения, см^3;

w_{KIO_3} — массовая доля основного вещества йодата калия, %;

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

$c_{тн}$ — молярная концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3 (0,01 моль/дм^3)».

Подпункт 9.3.3 изложить в новой редакции:

«9.3.3 Добавляют 0,5 см^3 насыщенного раствора йодида калия (5.7). Закрывают колбу Эрленмейера и перемешивают на магнитной мешалке (6.8), не допуская сильного завихрения, или вручную без аэрации в течение точно 60 с (используют таймер с точностью до ± 1 с)».

Раздел 10 изложить в новой редакции:

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—01—01.

«10 Обработка результатов

Перекисное число, мэкв активного кислорода на килограмм, рассчитывают по формуле

$$PV = \frac{(V - V_0)\, c_{тн}\, F \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, израсходованного для определения, см^3;

V_0 — объем стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, израсходованного для контрольного опыта, см^3;

F — поправочный коэффициент для раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, определенный в соответствии с 9.2.2;

$c_{тн}$ — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3 (0,01 моль/ дм^3);

m — масса пробы для испытания, г.

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

(ИУС № 12 2015 г.)

Изменение № 1 ГОСТ ISO 3960—2013 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 79-П от 27.08.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 11375

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, RU, TJ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Шестой абзац дополнить словами (перед первым предложением): «Перекисное число — динамичный параметр, и его значение зависит от изменений, происходящих в пробе» .

Пункт 5.7. Второй абзац. Третье и четвертое предложения изложить в новой редакции:

«Проверяют раствор следующим образом. добавляют две капли раствора крахмала к 0,5 см^3 данного раствора йодида калия, смешанного с 30 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты/изооктана (5.5). Если образуется синяя окраска и если для ее устранения требуется более одной капли стандартного раствора тиосульфата натрия (5.8), то раствор йодида калия не используют».

Пункт 5.8. Первый абзац. Заменить слово: «янтарного» на «темного».

Пункт 9.1. Второй абзац. Заменить слово: «янтарного» на «темного».

Подпункт 9.2.1. Первый абзац. Заменить слово: «янтарного» на «темного».

Подпункт 9.2.2. Наименование изложить в новой редакции:

«9.2.2 Определение титра стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 (определение поправочного коэффициента)»;

первый абзац после слов «и охлаждают» дополнить словами: «до комнатной температуры»;

третий и четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Титруют этот раствор, используя йодометрический (визуальный) метод, для определения поправочного коэффициента для стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 (см. 9.2.1).

Рассчитывают поправочный коэффициент F раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3 по формуле

$$F = \frac{m_{KIO_3} V_1 \cdot 6 \cdot 1000 \cdot w_{KIO_3}}{M_{KIO_3} V_2 V_3 c_{тн} \cdot 100}, \quad (1)$$

где m_{KIO_3} — масса йодата калия, г;

6 — эквивалентная масса для определения титра (1 моль KIO_3 эквивалентен 3 молям I_2);

V_1 — объем раствора йодата калия, использованного для определения титра, см^3 (5 или 10 см^3);

V_2 — общий объем раствора йодата калия, см^3 (250 или 500 см^3);

V_3 — объем раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, использованного для определения, см^3;

w_{KIO_3} — массовая доля основного вещества йодата калия, %;

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

$c_{тн}$ — молярная концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3 (0,01 моль/дм^3)».

Подпункт 9.3.3 изложить в новой редакции:

«9.3.3 Добавляют 0,5 см^3 насыщенного раствора йодида калия (5.7). Закрывают колбу Эрленмейера и перемешивают на магнитной мешалке (6.8), не допуская сильного завихрения, или вручную без аэрации в течение точно 60 с (используют таймер с точностью до ± 1 с)».

Раздел 10 изложить в новой редакции:

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—01—01.

«10 Обработка результатов

Перекисное число, мэкв активного кислорода на килограмм, рассчитывают по формуле

$$PV = \frac{(V - V_0)\, c_{тн}\, F \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, израсходованного для определения, см^3;

V_0 — объем стандартного раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, израсходованного для контрольного опыта, см^3;

F — поправочный коэффициент для раствора тиосульфата натрия концентрацией 0,01 моль/дм^3, определенный в соответствии с 9.2.2;

$c_{тн}$ — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3 (0,01 моль/ дм^3);

m — масса пробы для испытания, г.

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

(ИУС № 12 2015 г.)

Поправка к ГОСТ ISO 3960—2013 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2. Нормативные ссылки	—	ГОСТ 4202—75 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия
Пункт 5.11	**5.11 Йодат калия (KIO_3), эталон для определения титра*.**	**5.11 Калий йодноватокислый** по ГОСТ 4202—75 (йодат калия), квалификации х. ч. или ч. д. а.
Сноска к пункту 5.11	* ГСО 7104—94	—

(ИУС № 6 2015 г.)

Поправка к ГОСТ ISO 3960—2013 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2. Нормативные ссылки	—	ГОСТ 4202—75 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия
Пункт 5.11	**5.11 Йодат калия (KIO_3), эталон для определения титра*.**	**5.11 Калий йодноватокислый** по ГОСТ 4202—75 (йодат калия), квалификации х. ч. или ч. д. а.
Сноска к пункту 5.11	* ГСО 7104—94	—

(ИУС № 6 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru