ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Масла растительные и жиры животные

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРЕКИСНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Временным творческим коллективом, образованным в рамках договора № 9842002 Е 4075 между АФНОР и ВНИЦСМВ с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

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

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 643-ст

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 3960:1998 «Масла растительные и жиры животные. Определение перекисного числа»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2008 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© Стандартинформ, 2008

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Масла растительные и жиры животные

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРЕКИСНОГО ЧИСЛА

Vegetable oils and animal fats.
Method for determination of peroxide value

Дата введения 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и животные жиры и устанавливает метод определения перекисного числа в растительных маслах и животных жирах различной степени очистки в диапазоне от 0,1 до 45 ммоль активного кислорода ($\frac{1}{2}O$) на кг масла или жира.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4095—75 Изооктан технический. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5471—83** Масла растительные. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8285—91 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—88*** Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ИСО 661—89* Масла и жиры животные и растительные. Подготовка испытуемой пробы

ИСО 5555—91* Масла и жиры животные и растительные. Отбор проб

3 Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия продуктов окисления растительных масел и животных жиров (перекисей и гидроперекисей) с йодистым калием в растворе уксусной кислоты и изооктана или хлороформа с последующим количественным определением выделившегося йода раствором тиосульфата натрия титриметрическим методом.

* Действуют до введения в действие ГОСТ Р, разработанных на основе соответствующих ИСО.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52062—2003.

*** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

4 Определение

В настоящем стандарте используют следующий термин с соответствующим определением:

перекисное число: Количество таких веществ в пробе, выраженное в ммоль ($\frac{1}{2}$O) активного кислорода на 1 кг жира, которые при установленных условиях определения окисляют йодистый калий.

5 Правила приемки и методы отбора проб

5.1 Правила приемки и отбор проб:
- растительных масел — по ГОСТ 5471;
- животных жиров — по ГОСТ 8285.

При экспортно-импортных поставках — по ИСО 5555.

6 Реактивы

6.1 Кислота уксусная по ГОСТ 61 х. ч., ледяная, не содержащая кислорода.

6.2 Изооктан по ГОСТ 4095 или хлороформ по ГОСТ 20015 свежеперегнанные, не содержащие кислорода.

6.3 Смесь уксусной кислоты с изооктаном (хлороформом) 60:40 объемная доля, приготовленная смешиванием 3 объемов уксусной кислоты (6.1) и 2 объемов изооктана (хлороформа) (6.2).

6.4 Калий йодистый по ГОСТ 4232 х. ч., раствор насыщенный, свежеприготовленный и раствор массовой долей 50—55 %, свежеприготовленный или проверенный по 8.1.1.

6.5 Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, водный раствор молярных концентраций c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм³, c ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм³ и c ($Na_2S_2O_3$) = 0,002 моль/дм³.

6.6 Стандарт-титры тиосульфата натрия по нормативному документу массой вещества в ампуле 0,1 г-экв. (0,1 г-моль).

6.7 Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой долей 0,5 %.

6.8 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

7 Аппаратура

7.1 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

7.2 Колбы Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

7.3 Колба 1(2)-1000-2 по ГОСТ 1770.

7.4 Стаканчики стеклянные цилиндрические для испытуемой пробы необходимой вместимости (по массе пробы).

7.5 Бюретки 1-1(2,3)-1(2)-5-0,02; 1-1(2,3)-1(2)-10-0,05 по ГОСТ 29251.

7.6 Пипетки 2-2-1(2)-1 по ГОСТ 29227.

7.7 Цилиндры 1(3)-25, 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

7.8 Секундомер.

7.9 Часы песочные на 1 и 5 мин.

Допускается использование другой аппаратуры, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающей перечисленной выше.

8 Подготовка к определению

8.1 Приготовление и проверка растворов

8.1.1 Раствор йодистого калия (6.4) хранят в темном сосуде. Раствор йодистого калия концентрации 50—55 % перед использованием проверяют. Для этого добавляют 2 капли раствора крахмала (6.7) к 0,5 см³ раствора йодистого калия и 30 см³ смеси уксусной кислоты и изооктана (хлороформа) (6.3). Если образуется голубая окраска, для обесцвечивания которой требуется более 1 капли раствора

тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм³ (6.5), то раствор йодистого калия не используют и готовят свежий раствор.

8.1.2 Раствор крахмала готовят следующим образом: 5 г растворимого крахмала смешивают с 30 см³ воды, добавляют эту смесь к 1000 см³ кипящей воды и кипятят в течение 3 мин.

8.1.3 Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм³ (6.5) готовят двумя способами:

- из серноватистокислого натрия-реактива;
- из стандарт-титров (фиксаналов) серноватистокислого натрия.

8.1.3.1 Раствор тиосульфата натрия из серноватистокислого натрия-реактива готовят по ГОСТ 25794.2 (2.11).

8.1.3.2 Раствор тиосульфата натрия из стандарт-титров (фиксаналов) серноватистокислого натрия готовят следующим образом.

Теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1 дм³ (7.3) вставляют специальную воронку с вложенным в нее стеклянным бойком (обычно прилагается к каждой коробке стандарт-титров), острый конец которого должен быть обращен вверх. Если специальной воронки нет, можно пользоваться химической воронкой, вставив в нее стеклянный боек. Когда боек будет правильно уложен в воронке, ампуле с веществом дают свободно падать так, чтобы тонкое дно ампулы разбилось при ударе об острый конец бойка. После этого пробивают верхнее углубление ампулы и все содержимое ее осторожным встряхиванием высыпают в колбу. Ампулу, не изменяя ее положения, промывают дистиллированной водой из промывалки. Промыв ампулу, ее удаляют, а раствор доливают дистиллированной водой до метки, закрывают колбу пробкой и тщательно встряхивают до полного растворения вещества. Раствор годен к применению через 10—14 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

8.1.3.3 Определение поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия

Поправку к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм³ (6.5), приготовленного по 8.1.3.1 или 8.1.3.2, определяют по ГОСТ 25794.2 (2.11.3).

8.1.3.4 Срок хранения раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = = 0,1 моль/дм³ (6.5) без дополнительного контроля концентрации — 1 мес.

По истечении срока хранения необходимо определить поправку к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия. Если величина поправки составляет не менее 0,9, раствор может быть использован.

Если при хранении появляются хлопья или осадок, раствор не применяют.

8.1.3.5 Для получения раствора тиосульфата натрия необходимых молярных концентраций c ($Na_2S_2O_3$) = 0,002 моль/дм³ (6.5) и c ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм³ (6.5) растворы, приготовленные по 8.1.3.1 и 8.1.3.2, разбавляют соответственно в 50 и 10 раз. Разбавление проводят непосредственно перед использованием.

8.2 Подготовка испытуемой пробы

Подготовка испытуемой пробы по ИСО 661.

Если лабораторная проба предназначена не только для определения перекисного числа, но и других показателей, испытуемую пробу для определения перекисного числа отбирают первой.

Твердые жиры не следует расплавлять. Отбирают часть жира из середины лабораторной пробы, не допуская попадания жира с поверхности в испытуемую пробу. Немедленно переносят испытуемую пробу в коническую колбу и закрывают ее.

Частично твердые лабораторные пробы гомогенизируют перемешиванием при легком нагревании, если это необходимо, стараясь удалить воздух из пробы. Испытуемую пробу отбирают из середины лабораторной пробы.

Если растительное масло прозрачное, лабораторную пробу хорошо перемешивают. При наличии в масле мути или осадка пробу фильтруют при температуре (20±5) °С. Испытуемую пробу отбирают пипеткой из середины лабораторной пробы.

Все лабораторные пробы хранят в холодильнике в склянках из темного стекла с притертыми крышками не более 5 дней.

9 Проведение определения

Определение проводят при искусственном освещении или при рассеянном дневном свете.

9.1 Массу навески продукта, необходимую для определения, в зависимости от предполагаемого значения перекисного числа, определяют по таблице 1.

Таблица 1 — Масса навески продукта и точность взвешивания

Предполагаемое значение перекисного числа, ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг	Масса навески продукта, г	Точность взвешивания, г
От 0 до 6	5,0—2,0	± 0,01
Св. 6 до 10	2,0—1,2	± 0,01
» 10 до 15	1,2—0,8	± 0,01
» 15 до 25	0,8—0,5	± 0,001
» 25 до 45	0,5—0,3	± 0,001

9.2 Проведение определений

9.2.1 Метод с применением изооктана

Коническую колбу (7.2) предварительно продувают чистым сухим инертным газом (двуокисью углерода, азотом). В колбу на весах (7.1) взвешивают навеску продукта массой, выбранной в соответствии с таблицей 1. Приливают 50 см³ раствора смеси уксусной кислоты с изооктаном (6.3) и закрывают колбу. Встряхивают колбу до тех пор, пока проба не растворится. Приливают пипеткой (7.6) 0,5 см³ насыщенного раствора йодистого калия (6.4) и закрывают колбу пробкой. Дают пройти реакции в течение (60±1) с, тщательно взбалтывая не менее 3 раз за этот промежуток времени, затем немедленно приливают 30 см³ дистиллированной воды.

Титруют полученную смесь раствором тиосульфата натрия (6.5), приливая его постепенно из бюретки (7.5) при постоянном тщательном встряхивании до тех пор, пока желтый цвет йода полностью не исчезнет. Приливают 0,5 см³ раствора крахмала (6.7) и продолжают титрование при постоянном встряхивании, особенно в конце титрования, для высвобождения всего йода из слоя растворителя, приливая по каплям раствор тиосульфата натрия до тех пор, пока синий цвет полностью не исчезнет.

Если на титрование расходуют менее 0,5 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм³, определение повторяют, используя раствор тиосульфата натрия молярной концентрации 0,002 моль/дм³. Для нейтрализации цвета крахмала при значении перекисного числа 35 ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг и более требуется обычно 15—30 с. Это вызвано способностью изооктана подниматься на поверхность водной среды, что требует некоторого времени для полного перемешивания растворителя и водного титрующего реактива и для высвобождения следов йода.

Для перекисных чисел 6 ммоль ($\frac{1}{2}$O) кг и более рекомендуется использовать раствор тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм³, для перекисных чисел менее 6 ммоль ($\frac{1}{2}$O) кг — раствор тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,002 моль/дм³.

Примечание — Допускается добавление небольших количеств поверхностно-активных веществ к реакционной смеси для замедления расслоения фаз и сокращения времени высвобождения йода.

9.2.2 Метод с применением хлороформа

Навеску продукта массой, выбранной в соответствии с таблицей 1, на весах (7.1) взвешивают в коническую колбу (7.2). Если колбу нельзя взвесить непосредственно, то навеску продукта взвешивают в стаканчик (7.4). В случае, если взвешивание производилось в стаканчике, то его вместе с навеской помещают в колбу.

В колбу с навеской приливают 10 см³ хлороформа (6.2), быстро растворяют пробу, приливают 15 см³ уксусной кислоты (6.1) и 1 см³ 50—55 %-ного раствора йодистого калия (6.4), после чего колбу сразу же закрывают, перемешивают содержимое в течение 1 мин и оставляют на 5 мин в темном месте при температуре 15—25 °С. Приливают в колбу 75 см³ воды, тщательно перемешивают и добавляют раствор крахмала до появления слабой однородной фиолетово-синей окраски. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до молочно-белой окраски, устойчивой в течение 5 с, используя раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,002 моль/дм³, если предполагаемое значение перекисного числа менее 6,0 ммоль/кг.

Если предполагаемое значение перекисного числа 6,0 ммоль/кг и более, после добавления воды и перемешивания выделившийся йод титруют раствором молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = = 0,01 моль/дм³ до заметного снижения интенсивности окраски раствора. Осторожно добавляют крахмал (6.7) до появления слабой однородной фиолетово-синей окраски. Оставшийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до молочно-белой окраски в конце титрования. Допускается наличие различных оттенков окраски в соответствии со специфическими особенностями окраски испытуемых масел и жиров.

9.3 Контрольное определение

Контрольное определение выполняют параллельно с основным определением. Если на контрольное определение требуется более 0,05 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентра-

ции 0,002 моль/дм³ (6.5), проверяют соответствие реактивов требованиям стандарта и, в случае несоответствия, готовят новые реактивы и повторяют определение.

10 Обработка результатов

10.1 Перекисное число X, ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{1000\,(V - V_0)\,c}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, использованный при определении, см³;

V_0 — объем раствора тиосульфата натрия, использованный при контрольном определении, см³;

c — действительная концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, вычисленная с учетом поправки к номинальной молярной концентрации, определенной по 8.1.3.3, моль/дм³;

m — масса навески продукта, г.

10.2 За результат определения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Вычисление выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

11 Точность определения

11.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух независимых единичных определений, выполненных при использовании одного метода, на идентичном испытуемом материале, в одной лаборатории, одним аналитиком, на одном оборудовании за короткий промежуток времени, не должно превышать при доверительной вероятности 0,95, %:

- для метода с применением изооктана:

10 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел, равных или менее 20 ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг;

- для метода с применением хлороформа:

10 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел менее 3 ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг и

5 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел 3 ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг и более.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух единичных определений, выполненных одним методом, на идентичном испытуемом материале, в разных лабораториях, разными аналитиками, на различном оборудовании, не должно превышать при доверительной вероятности 0,95, %:

- для метода с применением изооктана:

75 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел, равных или менее 20 ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг;

- для метода с применением хлороформа:

75 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел менее 3 ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг и

37,5 (по отношению к среднему значению перекисного числа) для перекисных чисел 3 ммоль ($\frac{1}{2}$O)/кг и более.

12 Требования техники безопасности

12.1 Изооктан горюч, легковоспламеним, токсичен при вдыхании и попадании в органы пищеварения.

12.2 Хлороформ негорюч, обладает общетоксическим и наркотическим действием.

12.3 Уксусная кислота — легковоспламеняющаяся жидкость со специфическим запахом. Оказывает сильное раздражающее действие на кожу и ткани.

12.4 Работа с изооктаном, хлороформом и уксусной кислотой проводится с соблюдением правил личной гигиены. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

УДК 664.34.001.4:006.354 ОКС 67.200.10 Н69 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, растительные масла, животные жиры, химический анализ, определение, перекисное число

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 20.02.2008. Формат 60x84$^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,75. Тираж 86 экз. Зак. 132.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru