ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51453— 99

ЖИР МОЛОЧНЫЙ

Метод определения перекисного числа в безводном жире

(ISO 3976:1977, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом молочной промышленности (ГУ ВНИМИ)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 186 «Молоко и молочные продукты»

3 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 22 декабря 1999 г. № 608-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 3976—77 «Обезвоженный молочный жир. Определение перекисного числа (арбитражный метод)» (ISO 3976:1977 «Anhydrous milk fat — Determination of peroxide value (Reference method)», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2018 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 1997 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИР МОЛОЧНЫЙ

Метод определения перекисного числа в безводном жире

Milk fat. Method for determination of peroxide value in anhydrous fat

Дата введения — 2001—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на безводный молочный жир, обезвоженное коровье масло (сливочное и топленое), а также на безводный молочный жир других животных, перекисное число которого не превышает 1,0 мэкв/кг.

Настоящий стандарт не распространяется на молочный жир в продуктах, содержащих соли галловой кислоты и антиокислители.

Метод основан на окислении ионов железа (II), добавленных к растворенной в смеси хлороформа и метанола навеске продукта, перекисным кислородом до ионов железа (III), которое дает с роданистым аммонием комплексное соединение красного цвета.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 4108 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4148 Реактивы. Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия

ГОСТ 5830 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

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

ГОСТ 26809* Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

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

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

* Заменен на ГОСТ 26809.1—2014 в части молока, молочного напитка, молочных и молокосодержащих продуктов, кисломолочных продуктов, мороженого и смеси для мороженого; ГОСТ 26809.2—2014 в части сыра и сырных продуктов, масла из коровьего молока и масляной пасты, сливочно-растительного спреда и сливочно-растительной топленой смеси.

Издание официальное

ИСО 707* Молоко и молочные продукты. Методы отбора проб

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **перекисное число,** мэкв/кг: Концентрация активного кислорода в навеске безводного молочного жира.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 ценой поверочного деления 0,1 г.

Стакан лабораторный по ГОСТ 25336 вместимостью 100 $см^3$.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 500 $см^3$ 2-го класса точности.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 0,4; 0,5; 1; 2,0 и 2,5 $см^3$ 2-го класса точности.

Часы сигнальные по ГОСТ 3145.

Воронка делительная по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$.

Склянки из темного стекла с притертой пробкой вместимостью 100 $см^3$.

Фотоколориметр лабораторный по [1] для измерения оптической плотности длиной волны 500 нм, с кюветами длиной оптического пути не менее 15 мм и вместимостью не менее 15 $см^3$.

Хлороформ по ГОСТ 20015, высшей очистки.

Метиловый спирт по ГОСТ 6995, высшей очистки.

Барий хлорид 2-водный ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) по ГОСТ 4108.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148, ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Аммоний роданистый (NH_4SCN) по ГОСТ 27067, ч.д.а.

Спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже вышеуказанных.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 26809, для экспортно-импортных операций — по ИСО 707.

5.2 Проба поступает в закрытой герметичной таре, защищенной от света и заполненной не менее чем на 3/4 объема.

---

* С 11 августа 2018 г. действует ИСО 707:2008.

6 Подготовка к определению

6.1 Подготовка пробы

6.1.1 Пробу продукта нагревают до наименьшей температуры, необходимой для полного расплавления молочного жира. Молочный жир тщательно перемешивают, не допуская попадания в него воздуха.

6.1.2 Определение проводят быстро, пока молочный жир находится в жидком состоянии.

6.1.3 Определение проводят при рассеянном свете, избегая попадания на молочный жир прямого света.

6.2 Приготовление рабочих растворов

6.2.1 Раствор соляной кислоты (HCl) молярной концентрации 0,2 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 20 см^3 концентрированной соляной кислоты (плотностью ρ_{20} 1,18 г/см^3), доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.2.2 Раствор хлористого железа (II)

6.2.2.1 В лабораторный стакан вместимостью 100 см^3 помещают 0,4 г бария хлорида 2-водного ($BaCl_2 \cdot 7H_2O$), добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения.

6.2.2.2 В лабораторный стакан вместимостью 100 см^3 помещают 0,5 г железа (II) сернокислого 7-водного ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения.

6.2.2.3 В раствор сульфата железа (II) (6.2.2.2) вливают раствор хлорида бария (6.2.2.1) при постоянном перемешивании. Добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты плотностью ρ_{20} 1,18 г/см^3.

Раствор готовят при непрямом рассеянном свете.

6.2.3 Смесь хлороформа и метанола

Мерным цилиндром отмеряют 70 см^3 хлороформа и 30 см^3 метанола.

Реактивы сливают в склянку из темного стекла и смесь хранят в темном месте.

6.2.4 Раствор роданистого аммония

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 вносят 30,0 г роданистого аммония (NH_4SCN), добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения.

Раствор должен быть бесцветным. Для обесцвечивания раствора с помощью делительной воронки раствор экстрагируют изоамиловым спиртом порциями по 5 см^3 до его полного обесцвечивания.

6.2.5 Стандартный раствор хлористого железа

В коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 110 см^3 вносят 0,5 г железного порошка, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты (плотностью ρ_{20} 1,18 г/см^3) и 1—2 см^3 раствора пероксида водорода.

6.3 Построение калибровочного графика

В четыре фотометрические кюветы из бюретки наливают 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 см^3 стандартного раствора хлористого железа по 6.2.5. В каждую кювету доливают из бюретки соответственно 9,65; 9,40; 8,90 и 7,90 см^3 смеси хлороформа и метанола по 6.2.3. Затем отдельными пипетками в каждую кювету вносят по 0,05 см^3 раствора роданистого аммония по 6.2.4 и по 0,05 см^3 соляной кислоты, перемешивают. Для каждой кюветы отмечают время протекания реакции, через 5 мин измеряют коэффициент поглощения при длине волны 500 нм относительно смеси хлороформа и метанола по 6.2.3.

Строят график зависимости значений массы железа (в микрограммах) от численных значений коэффициентов поглощения.

Калибровочный график строят, учитывая наибольшее приближение экспериментальных точек к прямой линии.

7 Проведение определения

7.1 Навеску пробы, подготовленной по 6.1.2, массой (0,3000 ± 0,0001) г взвешивают в фотометрической кювете.

7.2 В кювету с навеской пробы бюреткой добавляют 9,6 см^3 смеси хлороформа и метанола по 6.2.3. Осторожно перемешивают до полного растворения.

7.3 В кювету с раствором по 7.2 градуированной пипеткой добавляют 0,05 см^3 раствора роданистого аммония по 6.2.4 и перемешивают.

7.4 Кювету устанавливают в фотоколориметр. Проводят измерения коэффициента поглощения раствора (E_0) при длине волны 500 нм относительно смеси хлороформа и метанола по 6.2.3, помещенной в аналогичную кювету.

7.5 В кювету с раствором по 7.3 пипеткой добавляют 0,05 см^3 раствора хлористого железа (II) по 6.2.2.3 и перемешивают. Измерение коэффициента поглощения (E_2) проводят через 5 мин при длине волны 500 нм относительно смеси хлороформа и метанола по 6.2.3. Измерение должно быть проведено в течение 10 мин после завершения взвешивания по 7.1.

7.6 Измерения коэффициента поглощения реагентов (E_1) проводят без навески продукта в кювете с объемом смеси 9,9 см^3 по 6.2.3, как описано в 7.3 и 7.5.

8 Обработка результатов

8.1 Разность коэффициентов поглощения E вычисляют по формуле

$$E = E_2 - (E_0 + E_1), \qquad (1)$$

где E_0 — коэффициент поглощения, измеренный по 7.4;

E_1 — коэффициент поглощения, измеренный по 7.6;

E_2 — коэффициент поглощения, измеренный по 7.5.

По калибровочному графику определяют массу железа в микрограммах, соответствующую коэффициенту поглощения E.

8.2 Перекисное число жира X, ммоль/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{55{,}84 \cdot m_0}, \qquad (2)$$

где m — масса железа (III), определенная по 8.1, мкг;

m_0 — масса навески молочного жира, г;

55,84 — молекулярная масса железа, г/моль.

Вычисления проводят до третьего знака после запятой с последующим округлением результатов до второго знака после запятой.

9 Метрологические характеристики

9.1 Предел допускаемой погрешности определения, сходимость, воспроизводимость должны соответствовать данным таблицы 1.

Таблица 1

Предел допускаемой погрешности, ммоль/кг, при P = 0,95	Сходимость, ммоль/кг, не более	Воспроизводимость, ммоль/кг, не более
±0,10	0,05	0,15

9.2 Если расхождение результатов двух параллельных определений (сходимость) превышает требования таблицы 1, то повторно проводят два новых определения.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-09-2227—72 Железо металлическое восстановленное

УДК 637.2/.3/.147.2:006.354 ОКС 67.100.20 67.200.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: безводный молочный жир, перекисное число, определение, метрологические характеристики

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

Сдано в набор 15.08.2018. Подписано в печать 21.08.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93 Уч.-изд. л. 0,74.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru