ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 27107— 2010

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение перекисного числа потенциометрическим методом по конечной точке

ISO 27107:2008
Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value — Potentiometric end-point determination (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

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») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2010 г. № 512-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 27107:2008 «Жиры и масла животные и растительные. Определение пероксидного числа. Потенциометрическое определение по конечной точке» (ISO 27107:2008 «Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value — Potentiometric end-point determination»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых 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, 2011

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 . . . 1
6 Средства измерений и оборудование . . . 2
7 Отбор проб . . . 3
8 Подготовка пробы для испытания . . . 3
9 Проведение испытания . . . 3
10 Обработка результатов . . . 4
11 Прецизионность . . . 4
12 Протокол испытания . . . 5
Приложение А (справочное) Примеры кривых потенциометрического титрования . . . 6
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторного испытания . . . 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) . . . 9
Библиография . . . 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение перекисного числа потенциометрическим методом по конечной точке

Animal and vegetable fats and oils. Determination of peroxide value by potentiometric end-point determination

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на животные и растительные жиры и масла, жирные кислоты и их смеси и устанавливает метод потенциометрического определения по конечной точке титрования перекисного числа в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм.

Метод применим ко всем животным и растительным жирам и маслам, жирным кислотам и их смесям со значением перекисного числа от 0 до 30 мэкв активного кислорода на килограмм.

Настоящий стандарт не распространяется на молочные жиры и лецитины.

Примечание — Метод йодометрического (визуального) определения перекисного числа приводится по [1]. Для молочных жиров метод установлен по [2].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **перекисное число** (peroxide value): Количество веществ в пробе, выраженное в пересчете на активный кислород, которые окисляют йодид калия в условиях, установленных в настоящем стандарте.

Примечание — Перекисное число обычно выражают в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм масла, но оно также может быть выражено (в единицах СИ) в виде миллимолей активного кислорода на килограмм масла. Значение, выраженное в миллимолях активного кислорода на килограмм, составляет половину значения, выраженного в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм. Умножение перекисного числа (в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм) на эквивалентную массу кислорода (равную 8) дает значение массовой концентрации активного кислорода в миллиграммах на килограмм масла.

4 Сущность метода

Пробу растворяют в изооктане и безводной уксусной кислоте и добавляют йодид калия. Йод, который выделяется при воздействии перекисей, определяют титриметрически при помощи стандартного раствора тиосульфата натрия. Конечную точку титрования определяют потенциометрически.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты, если не указано иначе.

5.1 Вода дистиллированная, кипяченая и охлажденная до температуры 20 °С.

Издание официальное

5.2 Кислота уксусная безводная, массовой концентрацией 100 %, дегазированная в ультразвуковой ванне под вакуумом или путем продувки потоком чистого и сухого инертного газа (диоксида углерода или азота).

5.3 Изооктан (2,2,4-триметилпентан), дегазированный в ультразвуковой ванне под вакуумом или путем продувки потоком чистого и сухого инертного газа (диоксида углерода или азота).

5.4 Раствор безводной уксусной кислоты и изооктана, приготовленный по 5.11.1.

5.5 Калия йодид, не содержащий йода и йодатов.

5.6 Насыщенный раствор йодида калия массовой концентрацией c (KI) = 175 г/100 см^3, приготовленный по 5.11.2.

5.7 Стандартный раствор тиосульфата натрия с концентрацией вещества c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3, приготовленный по 5.11.3.

5.8 Стандартный раствор тиосульфата натрия с концентрацией вещества c ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм^3, приготовленный по 5.11.4.

5.9 Йодат (V) калия.

5.10 Раствор соляной кислоты молярной концентрацией c (HCl) = 4 моль/дм^3.

5.11 Подготовка к измерению

5.11.1 Приготовление раствора безводной уксусной кислоты и изооктана

В стакане смешивают 60 см^3 безводной уксусной кислоты (см. 5.2) и 40 см^3 изооктана (см. 5.3). Объемная доля безводной уксусной кислоты: ϕ = 60 см^3/100 см^3; объемная доля изооктана: ϕ = 40 см^3/100 см^3. Смесь дегазируют в ультразвуковой ванне под вакуумом или путем продувки потоком чистого и сухого инертного газа (диоксида углерода или азота).

5.11.2 Приготовление насыщенного раствора йодида калия

В стакане растворяют около 14 г йодида калия в примерно 8 г свежекипяченой воды (см. 5.1) при комнатной температуре. Следует убедиться, что раствор остается насыщенным (т. е. некоторое количество нерастворенных кристаллов остается в стакане). Хранят в темноте и готовят свежий раствор каждый день.

Раствор проверяют перед применением: добавляют две капли раствора крахмала к 0,5 см^3 раствора йодида калия в 30 см^3 раствора состава безводная уксусная кислота/изооктан (см. 5.4). Если для разрушения синей окраски требуется более одной капли стандартного раствора тиосульфата натрия (см. 5.7), раствор йодида калия не используют.

5.11.3 Приготовление стандартного раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра по прилагаемой инструкции.

Для приготовления данного раствора используют только свежекипяченую воду (см. 5.1), по возможности продутую азотом. Раствор можно использовать в течение одного месяца и хранить его в склянках из желтого стекла.

5.11.4 Приготовление стандартного раствора тиосульфата натрия молярной концентрацией c ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм^3

Отбирают пипеткой 100 см^3 стандартного раствора тиосульфата натрия в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой. После перемешивания переносят полученный стандартный раствор тиосульфата натрия в склянку из желтого стекла.

Готовят свежий стандартный раствор тиосульфата натрия из стандартного раствора тиосульфата натрия непосредственно перед применением или ежедневно определяют титр. Как показывает опыт, стабильность ограничена и зависит от значения pH и содержания свободного диоксида углерода. Для разбавления используют только свежекипяченую воду.

6 Средства измерений и оборудование

Используют следующие средства измерений и лабораторную аппаратуру:

6.1 Автоматический титратор с процессором, дозирующим устройством, мешалкой и электродами

Если используется другое устройство, то процедура должна быть оптимизирована для соответствующего устройства. Устройство должно быть способно осуществлять динамическое титрование (быстрое вначале, медленное вблизи конечной точки). Это необходимо для минимизации времени титрования при достижении режима медленного титрования вблизи конечной точки.

6.2 Комбинированный платиновый электрод.

6.3 Пипетки вместимостью 0,5, 1,0, 10 и 100 см^3. Можно также использовать соответствующие автоматические пипетки.

6.4 Мерные цилиндры вместимостью 50 и 100 см^3.

6.5 Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления до 0,1 мг и наибольшим пределом взвешивания 210 г.

6.6 Мешалка магнитная с магнитным вкладышем для перемешивания длиной 25 мм и термоплитой.

6.7 Колба Эрленмейера вместимостью 250 см^3.

6.8 Стакан химический вместимостью 250 см^3, высокий.

6.9 Колба мерная вместимостью 250, 500, 1000 см^3.

6.10 Печь микроволновая.

6.11 Склянки из желтого стекла вместимостью 1000 см^3.

7 Отбор проб

Отбор проб — по [3].

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями стандарта на конкретный вид продукта.

В лабораторию следует поставлять представительную пробу, которая не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

8 Подготовка пробы для испытания

Подготовку проб проводят по ИСО 661.

Пробу для определения перекисного числа берут первой, до того, как возьмут пробы для любого другого испытания.

Перекисное число определяют сразу после отбора пробы.

9 Проведение испытания

Все стадии проводят при рассеянном дневном свете или искусственном освещении. Следует избегать прямого воздействия солнечных лучей.

Стандартные растворы тиосульфата натрия хранят в склянках из желтого стекла.

9.1 Определение титра стандартного раствора тиосульфата натрия (определение фактора *f*)

Взвешивают с точностью 0,001 г от 0,27 до 0,33 г йодата (V) калия в мерной колбе [250 или 500 см^3] и доводят до метки водой (5.1).

Отбирают пипеткой 5 см^3 или 10 см^3 данного раствора йодата (V) калия в химический стакан вместимостью 250 см^3. Добавляют 60 см^3 свежекипяченой воды, 5 см^3 HCl и 0,5 см^3 насыщенного раствора йодида калия.

Полученный раствор титруют стандартным раствором тиосульфата натрия по 5.8 для определения фактора *f* этого раствора.

Фактор *f* стандартного раствора тиосульфата натрия рассчитывают по формуле

$$f = \frac{m_{KIO_3} \cdot V_1 \cdot 6 \cdot 1000 \cdot w_{KIO}}{M_{KIO_3} \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot c(Na_2S_2O_3) \cdot 100}, \quad (1)$$

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

V_1 — объем раствора йодата (V) калия, используемого для титрования (5 см^3 или 10 см^3);

w_{KIO_3} — массовая доля основного вещества йодата (V) калия, в виде массовой доли в граммах на 100 г;

6 — эквивалентная масса титра (1 моль KIO_3 = 3 моль I_2).

M_{KIO_3} — относительная молекулярная масса йодата (V) калия (214);

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

V_3 — объем стандартного раствора тиосульфата натрия, используемого для определения, см^3;

$c(Na_2S_2O_3)$ — молярная концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия в молях на дм^3.

9.3 Определение перекисного числа

9.3.1 Продувают тщательно очищенную колбу Эрленмейера (6.7) азотом или диоксидом углерода. Взвешивают в колбе с точностью до 0,1 мг:

а) (5,0 ± 0,1) г пробы, если ожидаемое значение перекисного числа выше 1 до 30; или

b) (10,0 ± 0,1) г пробы, если ожидаемое значение перекисного числа от 0 до 1.

Определение перекисного числа зависит от массы пробы. Пользователи настоящего стандарта должны быть информированы о том, что по причине установленной массы пробы полученные значения перекисного числа могут быть немного ниже значений, полученных при использовании пробы меньшей массы. Для некоторой продукции количество экстрагированного жира/масла может быть меньше 5 г или перекисное число жира/масла может быть больше 30 мэкв активного кислорода на килограмм. В таких случаях пользователю следует выбрать пробу меньшей массы. Если масса пробы влияет на результат, следует это указать вместе с результатом.

9.3.2 Порцию пробы растворяют в 50 см^3 раствора состава безводная уксусная кислота/изооктан путем осторожных круговых движений. В случае жиров с высокой температурой плавления (твердые жиры и животные жиры) к расплавленному жиру осторожно добавляют 20 см^3 изооктана, совершая легкие круговые движения, затем немедленно добавляют 30 см^3 безводной уксусной кислоты. Допускается пробу слегка нагреть.

9.3.3 Вводят магнитную палочку для перемешивания и добавляют 0,5 см^3 насыщенного раствора йодида калия, перемешивают пробу на мешалке автоматического титратора ровно 60 с (используют таймер с точностью ± 1 с) на средней скорости, чтобы избежать разбрызгивания.

9.3.4 Немедленно добавляют от 30 до 100 см^3 воды. Количество зависит от используемого устройства.

Примечание — Большее количество воды необходимо из-за инверсии фазы и зависит от используемого устройства. Титруемая фаза — нижняя. В случае большего количества воды потенциометрическая разница между начальной и конечной точками титрования больше (≈ 100 мВ). Это приводит к образованию кривой титрования с четкой точкой перегиба.

9.3.5 В испытуемую пробу погружают комбинированный платиновый электрод и начинают титрование стандартным раствором тиосульфата натрия при перемешивании на большой скорости.

9.3.6 При параллельном холостом испытании должно быть использовано не более 0,1 см^3 раствора тиосульфата.

9.3.7 Большинство оборудования для титрования определяет эквивалентную точку автоматически или конечную точку определяют графически с помощью метода точки перегиба.

Примечание — Типичные кривые титрования до конечной точки приведены на рисунке А.1 приложения А.

10 Обработка результатов

10.1 Расчеты

Перекисное число *ПЧ*, в миллиэквивалентах активного кислорода на килограмм, рассчитывают по формуле

$$ПЧ = \frac{(V - V_0)\, c(Na_2S_2O_3) \cdot f \cdot 1000}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем стандартного раствора тиосульфата натрия, используемого для определения, см^3;

V_0 — объем стандартного раствора тиосульфата натрия, используемого для холостого испытания, см^3;

$c(Na_2S_2O_3)$ — значение молярной концентрации стандартного раствора тиосульфата натрия (5.8), моль/дм^3;

f — фактор стандартного раствора тиосульфата натрия, определенный по формуле (1);

m — масса порции пробы, г.

Результаты определения округляют до одного десятичного знака.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Детали, касающиеся межлабораторного испытания прецизионности данного метода, приводятся в приложении В. Возможно, что значения, полученные на основании данного межлабораторного испытания, неприменимы к диапазонам концентраций, а матрицы отличны от тех, что приведены.

11.2 Сходимость (повторяемость)

Абсолютная разница между двумя независимыми отдельными 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, должна не более чем в 5 % случаев превышать предел сходимости *r*, приведенный в таблицах В.1 и В.2.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода применительно к идентичному испытуемому материалу в различных лабораториях, различными операторами с использованием различного оборудования, должна не более чем в 5 % случаев превышать предел воспроизводимости *R*, приведенный в таблицах В.1 и В.2.

12 Протокол испытания

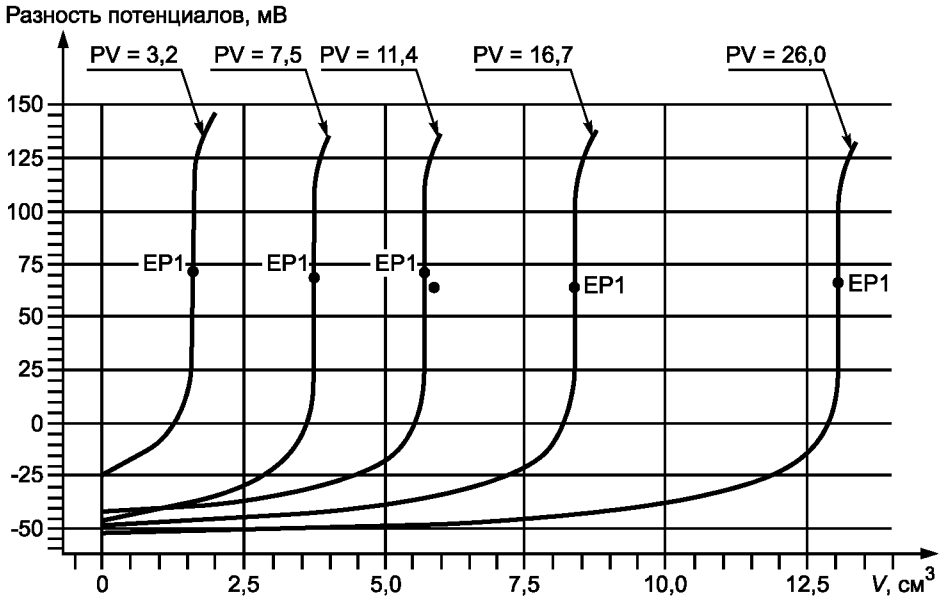
Протокол испытания должен включать в себя:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- массу (массы) порции (порций) пробы;
- все рабочие подробности, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результаты испытания;
- полученные результаты испытания;
- в случае проверки повторяемости конечный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Примеры кривых потенциометрического титрования

А.1 Примеры кривых потенциометрического титрования приведены на рисунке А.1.



EP1 — конечная точка титрования;
PV — перекисное число

Рисунок А.1 — Кривые потенциометрического титрования пяти проб с различными значениями перекисного числа

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Международное совместное испытание было проведено в 12 лабораториях из пяти стран (Канада, Франция, Германия, Иран и Польша) с использованием проб, приведенных в таблицах В.1 и В.2.

Данное испытание было организовано Немецким институтом стандартизации (Deutsches Institut fur Normung, DIN) в 2006 г., и полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с [4] и [5] с целью получения данных по точности, которые приводятся в таблицах В.1 и В.2.

Таблица В.1 — Значения перекисных чисел для масел, жидких при комнатной температуре

Проба	Рафинированное масло (A)	Рафинированное подсолнечное масло (B)	Оливковое масло (D)	Оливковое масло первого отжима (F)	Оливковое масло первого отжима (G)	Смесь растительных масел (I)
Количество участвующих лабораторий	12	12	12	12	12	11
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	12	12	11	11	11
Количество результатов испытания во всех оставшихся лабораториях	24	24	24	22	22	22
Среднее значение, мэкв/кг	0,61	1,27	4,02	13,70	13,13	17,92
Среднеквадратическое отклонение сходимости s_r, мэкв/кг	0,03	0,06	0,14	0,16	0,25	0,36
Коэффициент вариации сходимости $CV(r)$, %	5,5	4,4	3,6	1,2	1,9	2,0
Предел сходимости r (=2,8s_r), мэкв/кг	0,09	0,16	0,41	0,45	0,71	1,01
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R, мэкв/кг	0,11	0,18	0,45	0,82	1,03	1,90
Коэффициент вариации воспроизводимости $CV(R)$, %	17,8	14,1	11,3	6,0	7,8	10,6
Предел воспроизводимости R(= 2,8s_R), мэкв/кг	0,30	0,50	1,27	2,30	2,87	5,32

Т а б л и ц а В.2 — Перекисные числа для масел или жиров, твердых при комнатной температуре

Проба	Лярд (С)	Неочищенное пальмовое масло (Е)	Пальмовый стеарин (Н)
Количество участвующих лабораторий	12	12	11
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	12	10	9
Количество результатов испытаний во всех оставшихся лабораториях	24	20	18
Среднее значение, мэкв/кг	1,54	7,52	27,31
Среднеквадратическое отклонение сходимости s_r, мэкв/кг Коэффициент вариации сходимости $CV(r)$, % Предел сходимости r (= 2,8s_r), мэкв/кг	0,07 4,8 0,21	0,15 2,0 0,41	0,44 1,6 1,23
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R, мэкв/кг Коэффициент вариации воспроизводимости $CV(R)$, % Предел воспроизводимости R(= 2,8s_R), мэкв/кг	0,31 20,1 0,87	0,42 5,6 1,17	1,78 6,5 5,00

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 661:2003	—	*
* 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.		

Библиография

[1] ИСО 3960:2007 Жиры и масла животные и растительные. Определение перекисного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке

[2] ИСО 3976:2006 Жир молочный. Определение пероксидного числа

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

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

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

[6] WHEELER, D.H. Peroxide formation as a measure of autoxidative deterioration. Oil Soap, 1932, 9, pp. 89—97

УДК 637.11:543:006.354 ОКС 67.200.10 Н09 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: растительные масла, жиры животные, перекисное число, потенциометрический метод по конечной точке титрования, изооктан, калия йодат, стандартный раствор тиосульфата натрия

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 27.09.2011. Подписано в печать 26.10.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 186 экз. Зак. 999.

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