МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод измерения перекисного числа

ГОСТ 26593—85

Vegetable oils.
Method for measurement of peroxide value

ОКСТУ 9141

Дата введения 1986—01—01

Настоящий стандарт распространяется на все виды растительных масел различной степени очистки и устанавливает метод определения их перекисного числа (содержание активного кислорода) в диапазоне значений 0,1—40 ммоль/кг.

Метод основан на реакции взаимодействия продуктов окисления растительных масел и жиров (перекисей и гидроперекисей) с йодистым калием в растворе уксусной кислоты и хлороформа и последующем количественном определении выделившегося йода раствором тиосульфата натрия титриметрическим методом.

Настоящий стандарт пригоден для целей сертификации.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. НОРМЫ ТОЧНОСТИ

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности 0,95 приведены в табл. 1.

Таблица 1

Значение измеряемой величины, ммоль/кг	Предел возможных значений относительной погрешности измерений, %	Допускаемое относительное расхождение между результатами двух параллельных определений, %
Менее 3,0	8	10
3,0 и более	4	5

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 1).**

2а. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5471—83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

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 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

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

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

Колба 1 (2)—1000—2 по ГОСТ 1770.

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

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

Пипетки 1(2)—2—1 по ГОСТ 29169.

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

Секундомер по нормативному документу.

Часы песочные на 1 и 5 мин.

Хлороформ по ГОСТ 20015 свежеперегнанный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч., раствор с массовой долей 50—55 %, свежеприготовленный или проверенный по п. 7.1.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, водный раствор молярных концентраций c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.) и c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,002 моль/дм^3 (0,002 н.).

Стандарт-титры тиосульфата натрия по нормативному документу с массой вещества в ампуле, равной 0,1 г-экв. — 0,1 г-моль.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование другой аппаратуры или реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

Разд. 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Хлороформ — негорюч, обладает общетоксическим действием, его хранение производится в герметичных сосудах из темного стекла.

4.2. Уксусная кислота — легковоспламеняющаяся жидкость со специфическим запахом.

4.3. Работа с хлороформом и уксусной кислотой производится с соблюдением правил личной гигиены и использованием вытяжных устройств.

Категорически запрещается выливать хлороформ и уксусную кислоту в канализацию.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К проведению измерения перекисного числа масла допускаются лаборанты, изучившие методику и прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ

6.1. Все используемые реактивы и вода не должны содержать растворенного кислорода.

6.2. Притертые стеклянные поверхности не следует смазывать.

6.3. Измерение проводят при рассеянном дневном свете или при искусственном освещении.

7. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

7.1. Раствор йодистого калия хранят в темном сосуде. Перед использованием его проверяют. Для этого добавляют 2 капли раствора крахмала к 0,5 $см^3$ раствора йодистого калия в 30 $см^3$ раствора уксусной кислоты и хлороформа (3:2). Если образуется голубая окраска, для обесцвечивания которой требуется более 1 капли 0,01 моль/$дм^3$ раствора тиосульфата натрия, то раствор йодистого калия не используют и приготовляют свежий раствор.

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

7.2а. Раствор серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) готовят двумя способами:

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

7.2а.1. Раствор тиосульфата натрия из серноватистокислого натрия-реактива готовят по ГОСТ 25794.2, п. 2.11.

7.2а.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 $дм^3$ 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 обычной 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 ее содержимое 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.

7.2а.3. *Определение поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия*

Поправку к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$, приготовленного по п. 7.2а.1 или п. 7.2а.2, определяют по ГОСТ 25794.2, п. 2.11.3.

7.2а.4. Срок хранения раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)= 0,1 моль/$дм^3$ 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 должен применяться.

7.2а.5. Для получения раствора тиосульфата натрия необходимых молярных концентраций c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,002 моль/$дм^3$ и c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/$дм^3$ растворы, приготовленные по пп. 7.2а.1 и 7.2а.2, разбавляют соответственно в 50 и 10 раз. Разбавление проводят непосредственно перед использованием.

7.2а—7.2а.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

7.3. Отбор проб проводят по ГОСТ 5471.

Если масло прозрачное, пробу масла, предназначенную для анализа, хорошо перемешивают. При наличии в масле мути или осадка пробу фильтруют при температуре (20±5) °С.

Пробу масла хранят в холодильнике в емкости из темного стекла с притертой пробкой не более 5 дней.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Массу пробы, необходимой для измерений, в зависимости от предполагаемого перекисного числа определяют по табл. 2.

Таблица 2

Предполагаемое значение перекисного числа, ммоль/кг	Масса испытуемой пробы, г
От 0 до 6,0	5,000—2,000
Св. 6,0 » 10,0	2,000—1,200
» 10,0 » 15,0	1,200—0,600
» 15,0 » 25,0	0,600—0,500
» 25,0 » 40,0	0,500—0,300

8.2. Пробу отвешивают в колбу. Если колбу нельзя взвесить непосредственно, то испытуемую пробу отвешивают в стаканчике.

В случае, если взвешивание проводилось в стаканчике, то его вместе с испытуемой пробой помещают в колбу.

Добавляют 10 см^3 хлороформа, быстро растворяют испытуемую пробу, приливают 15 см^3 уксусной кислоты и 1 см^3 раствора йодистого калия, 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. Затем добавляют 75 см^3 воды, тщательно перемешивают и добавляют раствор крахмала до появления слабой однородной фиолетово-синей окраски и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до молочно-белой окраски, устойчивой в течение 5 с, используя раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,002 моль/дм^3, если предполагаемое значение перекисного числа не более 6,0 ммоль/кг.

Если предполагаемое значение перекисного числа более 6,0 ммоль/кг, после добавления воды и перемешивания выделившийся йод титруют раствором молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм^3 до заметного снижения интенсивности окраски раствора. Осторожно добавляют крахмал 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.

Для каждой испытуемой пробы выполняют два измерения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.3. Контрольное измерение проводят параллельно с основными измерениями.

Если на контрольное измерение пойдет более 0,1 см^3 0,01 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, то проверяют соответствие реактивов требованиям стандартов.

9. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Перекисное число X в ммоль/кг 1/2 О вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c \cdot 1000}{m},$$

где V_0 — объем раствора тиосульфата натрия, использованный при контрольном измерении, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, использованный при измерении, см^3;

c — действительная концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, вычисленная с учетом поправки к номинальной концентрации, определенной по п. 7.2а.3, моль/дм^3;

m — масса испытуемой пробы, г;

1000 — коэффициент, учитывающий пересчет результата измерения в миллимоли на килограмм.

9.2. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Пределы (границы) возможных значений относительной погрешности измерений должны соответствовать значениям, приведенным в табл. 1.

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

Пересчет результата в процентах йода по приложению А.

9.1, 9.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд. 10. **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ А
Справочное

КОЭФФИЦИЕНТ ПЕРЕСЧЕТА

Для того, чтобы выразить перекисное число в процентах йода (граммах йода на 100 г жира), следует разделить результат, выраженный в ммоль/кг 1/2 О, на 78.

ПРИЛОЖЕНИЕ А. **(Введено дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта СССР от 25.07.85 № 2363

Изменение № 1 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12.11.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3134

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в мае 1999 г. (ИУС 8—99)

gost.e-ecolog.ru