ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод измерения перекисного числа

Издание официальное

Узбекское агенство стандартизации,
метрологии и сертификации

Ташкент – 2015

Предисловие

- Разработан и внесен: Ассоциации предприятий пищевой промышленности, ООО «Ёғ тахлил сервис»
- Утверждён и введен в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от «23» 01 2015г. № 05-614
- Взамен O'zDSt 1200:2009 и его изменениям.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом агентством «Узстандарт»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Узбекистана принадлежит Агентству «Узстандарт»

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA
NAZORATI VA MUVOFIQLIGINI BAHOLASH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH TECHNOLOGIES

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод измерения перекисного числа

ЎСИМЛИК ЁҒЛАРИ

Перекис сонини ўлчаш усули

Vegetable oils

Method for measurement of peroxide value

Дата введения с 27.01. 2015г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла различной степени очистки и устанавливает метод определения перекисного числа (содержание активного кислорода) в диапазоне значений от 0,1 до 40 mmol /kg.

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 титрометрическим методом.

Настоящий стандарт пригоден для целей сертификации.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте даны ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61-75	Реактивы. Кислота уксусная Технические условия.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная стеклянная. Цилиндры, мензурки колбы, пробирки. Технические условия.
ГОСТ 4232-74	Реактивы. Калий йодистый. Технические условия.
ГОСТ 5471-83	Масла растительные. Правила приёмки и методы отбора проб.
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная Технические условия.
ГОСТ 10163-76	Реактивы. Крахмал растворимый Технические условия.
ГОСТ 20015-88	Хлороформ. Технические условия.
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования.
ГОСТ 25794.2-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования.
ГОСТ 27068-86	Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия.
ГОСТ 29169-91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
5370
«23» 01 2016 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

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

O'zDSt 1201:2014 Масла растительные. Правила приёмки и методы отбора проб.

Примечание: При пользовании настоящим стандартом необходимо проверить действие ссылочных стандартов по указателю стандартов, который составлен по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него применяется в части не затрагивающей эту ссылку.

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем стандарте применены следующие термины и определения:

Перекисное число – условная величина, выражаемая количеством йода в процентах, эквивалентным йодисто-водородной кислоте, прореагировавшей в стандартных условиях с перекисной или гидроперекисной группами растительного масла.

4 НОРМЫ ТОЧНОСТИ

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

Таблица 1

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

5 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g или другие весы такого же класса точности.

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 действующей нормативной документации.

Часы песочные на 1 и 5 мин. по действующей нормативной документации.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

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.9.1

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068, водный рствор молярных концентраций С ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)= 0,01mol/dm^3 (0,01 н.) и С ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)= 0,002mol/dm^3 (0,002 н.).

Стандарт-титры тиосульфат натрия по действующей нормативной документации с массой вещества в ампуле, равной 0,1 g-экв. – 0,1 g-mol.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1 Хлороформ – негорючий, обладает общетоксическим действием, его хранения производится в герметичных сосудах из темного стекла.

6.2 Уксусная кислота – легковоспламеняющаяся жидкость со специфическим запахом.

6.3 Работа с хлороформом и уксусной кислотой производит с соблюдением правил личной гигиены и использованием вытяжных устройств.

Категорически запрещается выливать хлороформ и уксусную кислоту в канализацию.

7 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.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ

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

8.2 Притертые стеклянные поверхности не следует смазывать.

8.3 Измерение проводят при рассеянном дневном свете или при исскуственном освещении.

9 ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH DEPARTAMENTI

9.2 Раствор крахмала готовят следующим образом: 5 g растворимого крахмала смешивают с 30 cm^3 воды, добавляют эту смесь к 1000 cm^3 кипящей воды и кипятят в течение 3 min.

9.3 Раствор серноватокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации с ($Na_2S_2O_1 \cdot 5H_2O$)=0,1 mol/dm^3 (0,1н) готовят двумя способами:

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

9.3.1 Раствор тиосульфата натрия из серноватистокислого натрия реактива готовят по ГОСТ 25794.2, п. 2.11

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

Тёплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1 dm^3 вставляют специальную воронку с вложенным в нее стеклянным бойком (обычно прилагается к каждой коробке стандарт титров), острый конец которого должен, 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.

9.3.3 Определение поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия.

Поправку к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 mol/dm^3 приготовленного по п.9.3.1 или п. 9.3.2, определяют по ГОСТ 25794.2, п. 2.11.3.

9.3.4 Срок хранения раствора тиосульфата натрия молярной концентрации *c* ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,1 mol/dm^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.

9.3.5 Для получения раствора тиосульфата натрия необходимых молярных концентраций *c* ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,002 mol/dm^3 и *c* ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,01 mol/dm^3, растворы приготовленные, по пункту 9.3.1 и 9.3.2 разбавляют, соответственно в 50 и 10 раз. Разбавление проводят непосредственно перед использованием.

9.4 Отбор проб проводят по O'zDSt 1201 или по ГОСТ 5471.

Если масло прозрачное, пробу масла, предназначенную для анализа хорошо перемешивают. При наличии в масле мути или осадка пробу фильтруют при температуре $(20 \pm 5)^0$ С.

O'ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, BAHOLAT
NAZORATIDA MUVOFIQLASHTIRILGAN
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BO'LIMLARI

Пробу масла хранят в холодильнике в ёмкости из тёмного стекла с притертой пробкой не более 5 дней.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 2

Предлагаемое значение перекисного числа, mmol/kg	Масса испытуемой пробы, g
От 0 до 6,0	от 5,000 до 2,000
Св. 6,0 до 10,0	от 2,000 до 1,200
Св. 10,0 до 15,0	от 1,200 до 0,600
Св. 15,0 до 25,0	от 0,600 до 0,500
Св. 25,0 до 40,0	от 0,500 до 0,300

10.2 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 cm^3 хлороформа, быстро растворяют испытуемую пробу, приливают15 cm^3 уксусной кислоты и 1cm^3 раствора йодистого калия, после чего колбу сразу же закрывают, перемешивают содержимое в течение 1 min и оставляют на 5 min в тёмном месте при температуре 15-25^{0}C. Затем добавляют 75 cm^3 воды, тщательно перемешивают и добавляют раствор крахмала до появления слабо однородной фиолетово-синей окраски и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до молочно- белой окраски, устойчивой в течение 5 сек, используя раствор молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,002 mol/dm^3, если предлагаемое значение перекисного числа не более 6,0 mmol/kg.

Если предлагаемое значение перекисного числа более 6,0 mmol/kg, после добавления воды и перемешивания выделившийся йод титруют раствором молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)=0,01 mol/dm^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 специфическим особенностями окраски испытуемых масел.

Для каждой испытуемой пробы выполняют два измерения.

10.3 Контрольное измерение проводят параллельно с основными измерениями.

Если на контрольное измерение пойдет более 0,1 cm^3 0,01 mol/dm^3 раствора тиосульфата натрия, то проверяют соответствие реактивов требованиям стандартов.

O'ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

11 ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Перекисное число X в mmol/ kg ½ O вычисляют по формуле:

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

где: V_0- объём раствора тиосульфата натрия, использованный при контрольном измерении, cm^3

V_1–объем раствора тиосульфата натрия, использованный при измерении, cm^3;

C – концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, вычисленная с учетом поправки к номинальной концентрации, определенной по п. 9.3.3, mol/dm^3

m – масса испытуемой пробы, g;

1000 – коэффициент, учитивающий пересчёт результата измерения в миллимоли на киллограмм.

11.2 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.

O'ZSTANDART ASENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, BAYLAT
NAZORATIN: MUVOFIQLASHTIRISH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARIGA
JORIY ETISH

ПРИЛОЖЕНИЕ А
Справочное

Коэффициент пересчета

Для того, чтобы выразить перекисное число в процентах йода (граммах йода на 100 g жира), следует разделить результат, выраженный в mmol/kg ½ O на 78.

O'ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORAT VA AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

УДК 665.335.5.001.4:006.354 ОКСТУ 9141 ОКС 67.200.10 Группа Н 69

Ключевые слова: нормы точности, требования безопасности, требования квалификации оператора, выполнения измерения, вычисления результатов.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, METROLOGIYA
NAZORATINI RIVOJLANTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Заместитель председателя
Ассоциации предприятий
пищевой промышленности
_____ В.Х. Джураев
«29» 12 2015г.

Начальник отдела по развитию,
модернизации и техническому
перевооружению
_____ Пардаев Г.Э.
«26» 12 2015г.

Начальник отдела по контролю
за качеством, приёмкой и учётом
хлопковых семян, соблюдением
норм выходов хлопкового масла
_____ О.О. Зуфаров
«26» 12 2015г.

Директор ООО «Yog´ tahlil servis»
_____ Н.Ш. Шарипов
«12» _____ 2014г.

СОГЛАСОВАНО:

Председатель правления
АО «Тошкент ёг-мой комбинати»
1589/08 Б.С.Нуритдинов
«24» 12 2014г.

O´ZSTANDART AGENTLIGA
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORAT M. MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI