

ГОСТ Р 51453—99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИР МОЛОЧНЫЙ

Метод определения перекисного числа в безводном жире

Издание официальное



**Москва
Стандартинформ
2011**

Предисловие

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

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

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

3 Настоящий стандарт гармонизирован с международным стандартом ИСО 3976—77 «Обезвоженный молочный жир. Определение перекисного числа (арбитражный метод)»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2011 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© 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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ 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 ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 4108—72 Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4148—78 Железо (II) сернокислое 7-водное. Технические условия

ГОСТ 5830—79 Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. 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 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

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

ИСО 707—97** Молоко и молочные продукты. Методы отбора проб

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

** Действует до введения в действие ГОСТ Р, разработанного на основе соответствующего ИСО. С 11 августа 2008 г. действует ИСО 707:2008.

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:
перекисное число, мэкв/кг: Концентрация активного кислорода в навеске безводного молочного жира.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 ценой поверочного деления 0,1 г.

Стакан лабораторный по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 500 см³ 2-го класса точности.

Бюретки по ГОСТ 29251.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 0,4; 0,5; 1; 2,0 и 2,5 см³ 2-го класса точности.

Часы сигнальные по ГОСТ 3145.

Воронка делительная по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

Склянки из темного стекла с притертой пробкой вместимостью 100 см³.

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 см³.

Хлороформ по ГОСТ 20015, высшей очистки.

Метиловый спирт по ГОСТ 6995, высшей очистки.

Барий хлорид 2-водный (BaCl₂·2H₂O) по ГОСТ 4108.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Аммоний роданистый (NH₄SCN) 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.

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/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 20 см³ концентрированной соляной кислоты (плотностью ρ_{20} 1,18 г/см³), доводят объем дистиллированной водой до метки.

6.2.2 Раствор хлористого железа (II)

6.2.2.1 В лабораторный стакан вместимостью 100 см³ помещают 0,4 г бария хлорида 2-водного ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), добавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения.

6.2.2.2 В лабораторный стакан вместимостью 100 см³ помещают 0,5 г железа (II) сернокислого 7-водного ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), добавляют 50 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты плотностью ρ_{20} 1,18 г/см³.

Раствор готовят при непрямом рассеянном свете.

6.2.3 Смесь хлороформа и метанола

Мерным цилиндром отмеряют 70 см³ хлороформа и 30 см³ 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 см³ вносят 30,0 г роданистого аммония (NH_4SCN), добавляют 100 см³ 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 см³ до его полного обесцвечивания.

6.2.5 Стандартный раствор хлористого железа

В коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 100 см³ вносят 0,5 г железного порошка, добавляют 50 см³ раствора соляной кислоты (плотностью ρ_{20} 1,18 г/см³) и 1—2 см³ раствора пероксида водорода.

6.3 Построение калибровочного графика

В четыре фотометрические кюветы из бюретки наливают 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 см³ стандартного раствора хлористого железа по 6.2.5. В каждую кювету доливают из бюретки соответственно 9,65; 9,40; 8,90 и 7,90 см³ смеси хлороформа и метанола по 6.2.3. Затем отдельными пипетками в каждую кювету вносят по 0,05 см³ раствора роданистого аммония по 6.2.4 и по 0,05 см³ 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 $(0,3000 \pm 0,0001)$ г взвешивают в фотометрической кювете.

7.2 В кювету с навеской пробы бюреткой добавляют 9,6 см³ 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 см³ 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 см³ 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 см³ по 6.2.3, как описано в 7.3 и 7.5.

8 Обработка результатов

8.1 Разность коэффициентов поглощения E вычисляют по формуле

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

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

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

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.

Т а б л и ц а 1

Предел допускаемой погрешности, ммоль/кг, при $P = 0,95$	Сходимость, ммоль/кг, не более	Воспроизводимость, ммоль/кг, не более
$\pm 0,10$	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