

Изменение № 1 ГОСТ 26593—85 Масла растительные. Метод определения перекисного числа

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

Наименование стандарта изложить в новой редакции:

«Масла растительные. Метод измерения перекисного числа
Vegetable oils. Method for measurement of peroxide value».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: (СТ СЭВ 4717—84).

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения № 1 к ГОСТ 26593—85)

Вводная часть. Второй абзац исключить; дополнить абзацами:

«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».

Раздел 2 исключить.

Стандарт дополнить разделом — 2а:

«2а. Нормативные ссылки

ГОСТ 61—75	Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 1770—74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. 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
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».

(Продолжение см. с. 61)

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«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 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.) и $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,002$ моль/дм³ (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».

Раздел 7 дополнить пунктами — 7.2а — 7.2а.5:

«7.2а. Раствор серноватистокислового натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) готовят двумя способами:

— из серноватистокислового натрия-реактива;

— из стандарт-титров (фиксаналов) серноватистокислового натрия.

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

7.2а.2. Раствор тиосульфата натрия из стандарт-титров (фиксаналов) серноватистокислового натрия готовят следующим образом.

Теплой водой смывают надпись на ампуле и хорошо ее обтирают. В мерную колбу вместимостью 1 дм³ вставляют специальную воронку с

(Продолжение см. с. 62)

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 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³, 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 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ 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 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,002 моль/дм³ и c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³ растворы, приготовленные по пп. 7.2а.1 и 7.2а.2, разбавляют соответственно в 50 и 10 раз. Разбавление проводят непосредственно перед использованием».

Пункт 7.3 дополнить абзацами:

«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».

Пункт 8.2. Второй абзац после слов «тщательно перемешивают и добавляют» изложить в новой редакции: «раствор крахмала до появления слабой однородной фиолетово-синей окраски и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до молочно-белой окраски,

(Продолжение см. с. 63)

устойчивой в течение 5 с, используя раствор молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,002$ моль/дм³, 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 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01$ моль/дм³ 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»

Пункт 9 1 Первый абзац изложить в новой редакции

«Перекисное число X в ммоль/кг $1/2 O$ вычисляют по формуле»,
экспликация Третий абзац изложить в новой редакции

« c — действительная концентрация использованного раствора тиосульфата натрия, вычисленная с учетом поправки к номинальной концентрации, определенной по п 7 2а 3, моль/дм³»,

Пункт 9 2 изложить в новой редакции

«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»

Раздел 10 исключить

Стандарт дополнить приложением — А

«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 $1/2 O$, на 78»

(ИУС № 8 1999 г.)