

V ——用于测定的硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
V₀ ——用于空白的硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
c ——硫代硫酸钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
m ——试样的质量,单位为克(g)。

10.2 过氧化值以毫摩尔每千克表示

滴定仪自动计算过氧化值 P' 或按照式(2)计算:

$$P' = \frac{1\,000(V - V_0)c}{2m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

P' ——样品的过氧化值,单位为毫摩尔每千克(mmol/kg);
V ——用于测定的硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
V₀ ——用于空白的硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
c ——硫代硫酸钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
m ——试样的质量,单位为克(g)。

11 精密度

11.1 重复性

在重复性条件下,过氧化值小于或等于 5 mmol/kg(10 meq/kg)时,两个独立测定结果的绝对差值大于其平均值的 10%的情况不得超过 5%。

11.2 再现性

在再现性条件下,过氧化值小于或等于 5 mmol/kg(10 meq/kg)时,两个独立测定结果的绝对差值大于其平均值的 75%的情况不得超过 5%。

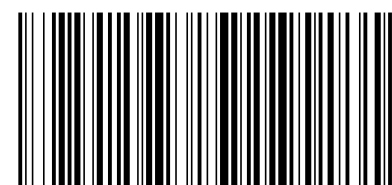


中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6106—2012

动植物油脂 过氧化值测定 自动滴定分析法

Animal and vegetable fats and oils—Determination of peroxide value—
Method of automatic titration analyzer



LS/T 6106—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24179

定价: 14.00 元

2012-10-25 发布

2012-12-01 实施

国家粮食局 发布

仪器分析条件:

- a) 滴定速度:0.5 mL/min~6 mL/min;
- b) 搅拌速度:200 r/min~240 r/min。

9.2 称样

根据估计的过氧化值,按表 1 在滴定仪的滴定杯中称取一定质量(*m*)的样品。

表 1 取样量和称量的精确度

估计的过氧化值 mmol/kg (meq/kg)	样品量 g	称量的精确度 g
0~6(0~12)	5.0~2.0	±0.01
6~10(12~20)	2.0~1.2	±0.01
10~15(20~30)	1.2~0.8	±0.01
15~25(30~50)	0.8~0.5	±0.001
25~45(50~90)	0.5~0.3	±0.001

9.3 测定

9.3.1 将 50 mL 乙酸-异辛烷溶液(5.4)加入滴定仪的滴定杯中,盖上盖子摇动至样品溶解。

9.3.2 加入 0.50 mL 饱和碘化钾溶液(5.5),盖上盖子使其反应,时间为 60 s±1 s,在此期间摇动滴定杯至少 3 次,然后立即加入 30 mL 蒸馏水。

按滴定仪操作说明书要求将滴定杯放入滴定仪中,滴定仪用硫代硫酸钠溶液(5.7)自动滴定到终点,滴定过程中添加约 0.5 mL 的淀粉溶液(5.8),仪器自动记录所消耗的硫代硫酸钠溶液(5.7)的毫升数(V)。

9.3.3 异辛烷漂浮在水相的表面,溶剂和滴定液需要充分的时间混合,当过氧化值≥35 mmol/kg (70 meq/kg)时,用淀粉溶液指示终点会滞后 15 s~30 s。为充分释放碘,可加入少量的(浓度为 0.5%~1.0%)高效 HLB 乳化剂(如:Tween60)以缓解反应液的分层和减少碘释放的滞后时间。

9.3.4 当油样溶解性较差时(如:硬脂或动物脂肪),按下列步骤操作:加入 20 mL 异辛烷(5.3),再加入 30 mL 冰乙酸(5.2),然后按 9.3.2 测定。

9.4 空白实验

测定应进行空白实验,空白试验结果为 V₀。当空白实验消耗 0.01 mol/L 硫代硫酸钠溶液(5.7)超过 0.1 mL,应更换试剂,重新对样品进行测定。

10 结果表示

10.1 过氧化值以每千克试样中活性氧的毫克当量表示

滴定仪自动计算过氧化值 *P* 或按照式(1)计算:

$$P = \frac{1\ 000(V - V_0)c}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

P ——样品的过氧化值,单位为毫克当量每千克(meq/kg);

中华人民共和国粮食
 行业标准
动植物油脂 过氧化值测定
自动滴定分析法
 LS/T 6106—2012
 *
 中国标准出版社出版发行
 北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
 北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
 网址 www.spc.net.cn
 总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
 读者服务部:(010)68523946
 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 各地新华书店经销
 *
 开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
 2015 年 3 月第一版 2015 年 3 月第一次印刷
 *
 书号: 155066·2-24179 定价 14.00 元
 如有印装差错 由本社发行中心调换
 版权专有 侵权必究
 举报电话:(010)68510107

5.1 水:应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

5.2 冰乙酸:用纯净、干燥的惰性气体(二氧化碳或氮气)气流清除氧。

警告:冰乙酸对皮肤和组织有强刺激性,有中等毒性,不要误食或吸入。

5.3 异辛烷:用纯净、干燥的惰性气体(二氧化碳或氮气)气流清除氧。

警告:异辛烷是易燃物,在空气中的爆炸极限为 1.1%~6.0%(体积分数)。异辛烷有毒,不要误食或吸入,操作应在通风橱中进行。

5.4 乙酸-异辛烷溶液(体积比 60:40):将 3 份冰乙酸(5.2)与 2 份异辛烷(5.3)混合。

5.5 碘化钾饱和溶液:新配制且不得含有游离碘和碘酸盐。

确保溶液中有结晶存在,存放于避光处。如果在 30 mL 乙酸-异辛烷溶液(5.4)中添加 0.50 mL 碘化钾饱和溶液(5.5)和 2 滴淀粉溶液(5.8),出现蓝色,并需要硫代硫酸钠溶液(5.7)1 滴以上才能消除时,则应重新配制此溶液。

5.6 硫代硫酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制和标定。

5.7 硫代硫酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01 \text{ mol/L}$ 。由溶液 5.6 稀释而成。

5.8 淀粉溶液:5 g/L。

将 1 g 可溶性淀粉与少量冷蒸馏水混合,在搅拌的情况下溶于 200 mL 沸水中,添加 250 mg 水杨酸作为防腐剂并煮沸 3 min,立即从热源上取下并冷却。

此溶液在 4 °C~10 °C 的冰箱中可储藏 2 周~3 周,当滴定终点从蓝色到无色不明显时,需重新配制。

灵敏度验证方法:将 5 mL 淀粉溶液加入 100 mL 水中,添加 0.05% 碘化钾饱和溶液(5.5)和 1 滴 0.05% 次氯酸钠溶液,当滴入硫代硫酸钠溶液(5.6)0.05 mL 以上时,深蓝色消失,即表示灵敏度不够。

6 仪器

使用的所有器皿不得含有还原性或氧化性物质。磨砂玻璃表面不得涂油。

实验室常用仪器和符合 LS/T 3706 要求的滴定仪。

7 扦样

样品应具有代表性,且在运输和储藏的过程中不应发生品质变化。

本标准不规定扦样方法,推荐采用 GB/T 5524—2008 规定的方法进行扦样。

样品应装在深色玻璃瓶或塑料瓶中,应符合 GB/T 5524—2008 中 4.2 的要求。样品应充满容器并经完善密封,样品的传递与存放应避免强光,应存放在阴凉干燥处。

8 试样准备

确认样品包装无损坏且密封完好,如需测定其他参数,从实验室样品中首先分出用于过氧化值测定的样品。

按 GB/T 15687 制备试样。

9 分析步骤

9.1 仪器准备

按照仪器使用说明书进行开机、预热。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食局标准质量中心提出并归口。

本标准起草单位:中国储备粮管理总公司成都粮食储藏科学研究所。

本标准主要起草人:岳寰、石恒、张华昌、董德良、毛根武、王柯、郭道林、丁建武、何学超。