



TÜRK STANDARDI TASARISI

Biçimlendirilmiş: Yazı tipi:
Kalın

Biçimlendirilmiş: Yazı tipi:
9,5 nk, Kalın, Yazım veya
dilbilgisi denetimi yapma

tst EN ISO 3960

Temmuz 2010
TS EN ISO 3960:2010 yerine

ICS 67.200.10

Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Peroksit değeri tayini - İyodometrik (görsel) son nokta tayini (ISO 3960:2007, corrected version 2009-05-15)

Animal and vegetable fats and oils - Determination of peroxide value - Iodometric
(visual) endpoint determination"
(ISO 3960:2007, corrected version 2009-05-15)

Corps gras d'origines animale et végétale -
Détermination de l'indice de peroxyde -
Détermination avec point d'arrêt iodométrique
(ISO 3960:2007, corrected version 2009-05-15)

Tierische und pflanzliche Fette und Öle -
Bestimmung der Peroxidzahl - Iodometrische
(visuelle) Endpunktbestimmung (ISO
3960:2007, corrected version 2009-05-15)

I. MÜTALAA
2014/96129

EN ISO 3960:2010 Standardının Türkçe Tercümesidir.

TÜRK STANDARDLARI ENSTİTÜSÜ
Necatibey Caddesi No.112 Bakanlıklar/ANKARA

Milli Önsöz

Bu standard, ISO/TC 34 "Gıda mamulleri" Teknik Komitesi tarafından hazırlanmış, CEN tarafından 15 Nisan 2010 tarihinde onaylanmış ve Türk Standardları Enstitüsü Teknik Kurulu 'nın tarihli toplantısında Türk Standardı olarak kabul edilerek yayımına karar verilmiştir.

Bu standardda kullanılan bazı kelimeler ve/veya ifadeler patent haklarına konu olabilir. Böyle bir patent hakkının belirlenmesi durumunda TSE sorumlu tutulamaz.

Bu standard yayımlandığında TS EN ISO 3960:2010 standardının yerini alır.

CEN üyeleri sırasıyla, Almanya, Avusturya, Belçika, Birleşik Krallık, Bulgaristan, Çek Cumhuriyeti, Danimarka, Estonya, Finlandiya, Fransa, Hırvatistan, Hollanda, İrlanda, İspanya, İsveç, İsviçre, İtalya, İzlanda, Kıbrıs, Letonya, Litvanya, Lüksemburg, Macaristan, Malta, Norveç, Polonya, Portekiz, Romanya, Slovakya, Slovenya ve Yunanistan'ın millî standard kuruluşlarıdır.

**Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Peroksit değeri tayini -
İyodometrik (görsel) son nokta tayini
(ISO 3960:2007, düzeltilmiş baskı 2009-05-15)**

Animal and vegetable fats and oils - Determination of peroxide value - Iodometric (visual)
endpoint determination (ISO 3960:2007, corrected version 2009-05-15)

Corps gras d'origines animale et végétale -
Détermination de l'indice de peroxyde -
Détermination avec point d'arrêt iodométrique
(ISO 3960:2007, corrected version 2009-05-15)

Tierische und pflanzliche Fette und Öle -
Bestimmung der Peroxidzahl - Iodometrische
(visuelle) Endpunktbestimmung (ISO 3960:2007,
corrected version 2009-05-15)

Bu Avrupa standardı CEN tarafından 13 Mart 2010 tarihinde onaylanmıştır.

CEN üyeleri, bu Avrupa Standardına hiçbir değişiklik yapmaksızın ulusal standard statüsü veren koşulları
öngören CEN/CENELEC İç Yönetmelikleri'ne uymak zorundadırlar. Bu tür ulusal standartlarla ilgili güncel
listeler ve bibliyografik atıflar, CEN-CENELEC Yönetim Merkezi'ne veya herhangi bir CEN üyesine
başvurarak elde edilebilir.

Bu Avrupa Standardı, üç resmi dilde (İngilizce, Fransızca, Almanca) mevcuttur. Başka herhangi bir dile
tercümesi, CEN üyesinin sorumluluğundadır ve resmi sürümleri ile aynı statüde olduğu CEN-CENELEC
Yönetim Merkezi'ne bildirilir.

CEN üyeleri sırasıyla, Almanya, Avusturya, Belçika, Bulgaristan, Çek Cumhuriyeti, Danimarka, Estonya,
Finlandiya, Fransa, Hollanda, İngiltere, İrlanda, İspanya, İsveç, İsviçre, İtalya, İzlanda, Kıbrıs, Letonya,
Litvanya, Lüksemburg, Macaristan, Malta, Norveç, Polonya, Portekiz, Romanya, Slovakya, Slovenya ve
Yunanistan'ın milli standard kuruluşlarıdır.



Biçimlendirilmiş: Yazı tipi:
10 nk, Yazım veya dilbilgisi
denetimi yapma

AVRUPA STANDARDİZASYON KOMİTESİ
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

Yönetim Merkezi: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels

İçindekiler

Sayfa

Önsöz.....	3
------------	---

Önsöz

ISO 3960:2007'nin metni, Uluslar arası Standard Organizasyonuna (ISO) bağlı ISO/TC 34 "Gıda mamulleri" Teknik Komitesi tarafından hazırlanmıştır ve sekretaryası ANFOR tarafından yapılan CEN/TC 307 "Yağlı tohumlar, sebzeler ve hayvani yağlar ve sıvı yağlar ve bunların yan ürünleri " tarafından EN ISO 3960:2010 olarak aynen kabul edilmiştir.

Bu Avrupa Standardına en geç Ekim 2010 tarihine kadar aynı metni yayınlayarak ya da onay duyurusu yayınlayarak ulusal standart statüsü verilmeli ve çelişen ulusal standartlar en geç Ekim 2010 tarihine kadar yürürlükten kaldırılmalıdır.

Bu dokümanın bazı kısımlarının patent haklarına konu olabileceğine dikkat edilmelidir. Böyle herhangi bir patent hakkının belirlenmesi durumunda CEN [ve/veya CENELEC] sorumlu tutulamaz.

Bu doküman EN ISO 3960:2007'nin yerini almıştır.

CEN/CENELEC İç Yönetmeliklerine göre, bu Avrupa Standardının ulusal standart olarak uygulamaya alınmasından sorumlu ulusal standart kuruluşlarının ülkeleri sırasıyla; Almanya, Avusturya, Belçika, Bulgaristan, Çek Cumhuriyeti, Danimarka, Estonya, Finlandiya, Fransa, Hollanda, İngiltere, İrlanda, İspanya, İsveç, İsviçre, İtalya, İzlanda, Kıbrıs, Letonya, Litvanya, Lüksemburg, Macaristan, Malta, Norveç, Polonya, Portekiz, Romanya, Slovakya, Slovenya ve Yunanistan'ın milli standard kuruluşlarıdır.

Onay bilgisi

ISO 3960:2007'nin metni CEN tarafından değişiklik yapılmaksızın EN ISO 3960:2010 olarak onaylanmıştır.

ULUSLARARASI
STANDARD

ISO
3960

INTERNATIONAL
STANDARD

NORME
INTERNATIONALE

Dördüncü baskı
Fourth edition
Troisième édition
2007-07-15

Biçimlendirilmiş: Yazı tipi: 9
nk, Yazım veya dilbilgisi
denetimi yapma

**Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar -
Peroksit değeri tayini - İyodometrik
(görsel) son nokta tayini (ISO 3960:2007,
düzeltilmiş baskı 2009-05-15)**

Animal and vegetable fats and oils - Determination of
peroxide value - Iodometric (visual) endpoint
determination

Corps gras d'origines animale et végétale —
Détermination de l'indice de peroxyde —
Détermination avec point d'arrêt iodométrique



Referans Numarası
Numéro de référence
ISO 11145:2006(E/F)
© ISO 2007



TELİF HAKKI KORUMALI DOKÜMAN

Biçimlendirilmiş: Yazı tipi:
(Varsayılan) Arial,Bold, Kalın,
Yazım veya dilbilgisi denetimi
yapma

© ISO 2006

Tüm hakları saklıdır. Aksi belirtilmedikçe, bu yayının herhangi bir bölümü herhangi bir şekilde ya da fotokopi ve mikrofilm dahil aşağıda adresi verilen ISO'dan yazılı izin alınmaksızın ya da dokümanı talep edenin ülkesindeki ISO üyesinin yazılı izni olmaksızın elektronik veya mekanik herhangi bir yolla çoğaltılamaz ya da kullanılamaz.

ISO Telif Ofisi
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Faks + 41 22 749 09 47
E-posta: copyright@iso.org
Web www.iso.org
İsviçre'de basılmıştır.

© ISO 2007 – Tüm hakları saklıdır.

İçindekiler**Sayfa**

Önsöz.....	iii
1 Kapsam.....	1
2 Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar	1
3 Terimler ve tarifler	1
3.1 Peroksit değeri PV	1
4 İlke.....	1
5 Reaktifler	1
6 Cihaz ve malzemeler	2
7 Numune alma	3
8 Deney numunesinin hazırlanması.....	3
9 İşlem.....	3
9.1 Genel.....	3
9.2 0,01 N standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin hazırlanması ve derişiminin belirlenmesi	4
9.3 Peroksit değerin belirlenmesi.....	4
10 Hesaplama ve sonuçların gösterilmesi	5
11 Kesinlik.....	5
11.1 Laboratuvarlar arası karşılaştırma deneyi	5
11.2 Tekrarlanabilirlik	5
11.3 Uyarlık	6
12 Deney raporu.....	6
Ek A.....	7
Kaynaklar.....	8

Önsöz

ISO (Uluslararası Standardizasyon Kuruluşu) ulusal standard kuruluşlarının (ISO üye kuruluşları) dünya çapında federasyonudur. Uluslararası Standard hazırlama çalışması genelde ISO teknik komiteleri aracılığı ile yapılır. Teknik komitenin konusu ile ilgili her üye kuruluşun o teknik komitede temsil edilme hakkı vardır. ISO ile işbirliği içindeki resmi ya da resmi olmayan uluslararası kuruluşlar da, çalışmalarda yer alır. ISO, elektroteknik standardizasyonla ilgili tüm konularında Uluslararası Elektroteknik Komisyonu (IEC) ile yakın işbirliği içinde çalışır.

Uluslararası Standardlar, ISO/IEC Direktifleri Bölüm 2’de verilen kurallara göre yazılmıştır.

Teknik komitelerin ana görevi, Uluslararası Standard hazırlamaktır. Teknik komitelerin kabul ettiği Taslak Uluslararası Standardlar, oylama için üye ülke kuruluşlarına dağıtılır. Bir Uluslararası Standardın yayınlanması, oy veren üye ülkelerin en az % 75’inin onayını gerektirir.

Bu dokümanın bazı kısımlarının patent haklarına konu olabileceğine dikkat edilmelidir. Böyle herhangi bir patent hakkının belirlenmesi durumunda ISO sorumlu tutulamaz.

ISO 3960, ISO/TC 34 “Gıda mamulleri”, Alt komite SC 11, “Hayvansal ve Bitkisel Katı ve Sıvı Yağlar” Teknik Komitesi tarafından hazırlanmıştır.

Bu dördüncü baskı, teknik olarak revize edilen üçüncü sürümün (ISO 3960:2001) yerini alır ve üçüncü sürümü iptal eder.

Giriş

Uzun zamandan beri, katı ve sıvı yağlarda peroksit sayısının belirlenmesi için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Çoğu yöntemdeki genel ilke, asidik ortamda potasyum iyodürden iyodun serbest kalmasıdır. Wheeler'e göre olan yöntem farklı standardizasyon kuruluşları tarafından 50 yıl önce standardize edilmiş ve yaygın olarak üreticiler, alıcılar ve resmi laboratuvarlar tarafından mamullerin denetiminde kullanılmaktadır. Ulusal ve uluslararası gıda mevzuatında (Codex Alimentarius dahil) peroksit değeri için kabul edilebilir sınırlar çoğunlukla belirtilir. Sonuçların tekrarlanabilirliğinden doğan hatalar nedeniyle, standardlaştırılmış yöntemler arasında ufak farklar olduğu fark edilmiştir. Çok önemli bir nokta sonucun analizde kullanılan numunenin miktarına bağımlı olmasıdır. Peroksit değeri (PV) tayini ampirik bir işlem olduğu için, ISO / TC 34/SC 11 komitesi peroksit değeri 1'den büyük olan numune miktarının 5 gr , peroksit değeri 1 ve daha küçük numuneden alınacak miktarın 10 gr olarak düzeltilmesine ve ayrıca bu yöntemin uygulanabilirliğinin kg başına aktif oksijen sayısı 0 ile 30 milieşdeğer arasındaki peroksit değerine sahip bitkisel ve hayvansal yağlarla sınırlandırılmasına karar vermiştir. Bu standardı kullananların elde edilen sonuçların önceki standartlara göre biraz daha düşük olabileceğini göz ardı etmemesi gerekmektedir.

Hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlar - Peroksit değeri tayini - İyodometrik (görsel) son nokta tayini

1 Kapsam

Bu uluslararası standard hayvansal ve bitkisel katı ve sıvı yağlarda İyodometrik (görsel) son nokta tayini ile peroksit değerinin belirlenmesinde kullanılan yöntemi belirlemektedir. Peroksit değeri oksijenin hayvansal veya bitkisel yağlara kimyasal olarak bağlanan miktarının ölçümüdür

Bu yöntem hayvansal ve bitkisel yağlara ve 1 kilogramdaki aktif oksijen değeri 0 ile 30 milieşdeğer olan peroksit değerine sahip yağ asidi ve karışımlarına uygulanabilmektedir. Aynı zamanda farklı su içeriğine sahip sürülebilir yağlar ve margariner için de uygulanmaktadır. Söz konusu yöntem süt yağları için uygun değildir ve lesitinlere uygulanamaz.

Peroksit değeri numunenin geçmişine bağlı dinamik bir parametredir. Ayrıca, peroksit değerinin tayini deneysel bir işlemdir ve elde edilen değer numune miktarına bağlıdır. Tarif edilen numune miktarı nedeniyle elde edilen peroksit değeri daha az numune miktarı kullanılarak elde edilen değerden daha düşük çıkabilir.

Not 1 - Süt yağlarında iyodometrik yöntemle peroksit değeri tayininde tercih edilen yöntem ISO 3976'ta yer almaktadır

Not 2 - Potansiyometrik yöntemle peroksit değeri tayininde kullanılan yöntem ISO 27107'de yer almaktadır.

2 Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar

Aşağıda verilen, atıf yapılan standard ve/veya dokümanın hükümleri bu standardın hükümleri sayılır. Tarih belirtilen atıflarda, daha sonra yapılan tadil veya revizyonlar uygulanmaz. Bununla birlikte, bu standarda dayalı anlaşmalarda taraflara, aşağıda verilen standard ve/veya dokümanın en yeni baskılarını uygulama imkânını araştırmaları önerilir. Tarih belirtilmeyen atıflarda, ilgili standard ve/veya dokümanın en son baskısı kullanılır. Bütün standard ve/veya dokümanın yürürlükte bulunan baskıları TSE'den temin edilebilir.

TS 661, Hayvansal ve Bitkisel Yağlar - Deney Numunesinin Hazırlanması

3 Terimler ve tarifler

Bu standardın amaçları bakımından aşağıdaki terim ve tarifler geçerlidir.

3.1 Peroksit değeri PV

Bu standartta belirtilen şartlar altında, potasyum iyodürü yükseltgeyen ve aktif oksijen cinsinden ifade edilen numunedeki maddelerin miktarı

Not - Peroksit değeri, genellikle bir kilogram yağdaki aktif oksijenin milieşdeğer (meq) olarak eşdeğerini ifade eder, bunun yanında peroksit değeri bir kilogram yağdaki aktif oksijenin milimol (mmol) (SI birimleri olarak) cinsinden de ifade edilebilir. Kilogramda milimol olarak ifade edilen değer, kilogramda milieşdeğer olarak ifade edilen değer yarısıdır. Oksijenin eşdeğer kütlesi ile kilogram başına oksijenin miliekivalan cinsinden bulunan peroksit değerinin çarpımı kilogram başına aktif oksijenin miligramını verir

4 İlke

Deney numunesi izooktan ve buzlu asetik asit çözeltisinde eritilir ve karışıma potasyum iyodür ilave edilir. Peroksitler tarafından serbest hale geçen iyot miktarı indikatör olan nişasta çözeltisi ile standard sodyum tiyosülfat çözeltisi kullanılarak iyodometrik titrasyon yöntemi ile tayin edilir. Titrasyonun dönüm noktası iyodometrik (görsel olarak) olarak tespit edilir.

5 Reaktifler

UYARI- Tehlikeli maddelerin kullanımı ve kullanıcıların yükümlülüklerinin yer aldığı ulusal mevzuatlar dikkate alınmalıdır. Teknik, kurumsal ve kişisel koruyucu önlemlere uyulmalıdır.

Aksi belirtilmedikçe sadece analitik saflıktaki reaktifleri kullanılır. Tüm reaktifler çözünmüş oksijenden arınmış olmalıdır.

5.1 Su, kaynamış ve 20 °C altına soğutulmuş damıtık su

5.2 Asetik asit, buzlu, %100 (m/m), ultrasonik banyo içerisinde vakum altında veya saf ve kuru eylemsiz gaz (karbon dioksit veya azot) akımı ile temizlenerek oksijenden arıtılmış.

5.3 İzooktan, ultrasonik banyo içerisinde vakum altında veya saf ve kuru eylemsiz gaz (karbon dioksit veya azot) akımı ile temizlenerek oksijenden arıtılmış.

5.4 Asetik asit/izooktan çözeltisi, 60 mL buzlu asetik asit ile 40 mL izooktanın karıştırılması ile hazırlanır (buzlu asetik asitin hacimce oranı $\phi=60\text{mL}/100\text{ mL}$; izooktanın hacimce oranı $\phi=40\text{mL}/100\text{ mL}$ 'dir)

5.5 Potasyum iyodür, iyot ve iyodat iyonları içermeyen.

5.6 Doymuş Potasyum İyodür Çözeltisi Kütlece derişimi $\rho = 175\text{ g}/100\text{ mL}$. yeni kaynamış ve oda sıcaklığına getirilmiş yaklaşık 8 gr su ile yaklaşık 14 gr potasyum iyodür çözündürülür.

Bu çözeltinin, çözünmemiş kristallerin varlığı ile doymuş olarak kaldığından emin olunmalıdır. Çözelti karanlıkta muhafaza edilmelidir ve günlük olarak hazırlanır. Çözelti şöyle denir: 30 mL asetik asit/izooktan çözeltisi içindeki 0,5 mL potasyum iyodür çözeltisine 2 damla nişasta çözeltisi ilâve edilir. Oluşan mavi rengin kaybolması için 1 damladan daha fazla sodyum tiyosülfat çözeltisi gerekiyorsa, potasyum iyodür çözeltisi atılır ve yenisi hazırlanır.

5.7 0,1 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisi $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1\text{ mol/l}$.

Bu çözeltinin hazırlanması için, sadece taze kaynatılmış imkan dahilinde nitrojenle arındırılmış su kullanılır. Çözelti bir ay içinde kullanılabilir ve koyu renkli cam şişelerde muhafaza edilir.

5.8 0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisi, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01\text{ mol/l}$ (Madde 9.2).

Gerekirse kullanımdan hemen önce 0,1 mol/l standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin seyreltilmesi ile hazırlanması gerekmektedir veya günlük olarak titre edilmelidir. Deneyin kararlılığı pH değeri ve serbest karbondioksit miktarına bağlıdır. Seyreltme için sadece taze olarak kaynatılmış ve imkan dahilinde nitrojen ile arındırılmış su kullanılmadılır.

5.9 Nişasta çözeltisi, Kütlece derişimi $\rho = 1\text{ g}/100\text{ ml}$

Az miktardaki soğuk su ile 0,5 g nişasta karıştırılır. Bu karışım, 50 ml kaynayan suya karıştırılarak ilave edilir, birkaç saniye kaynatılır ve hemen soğutulur. Bu çözelti günlük olarak hazırlanmalıdır. Daha koyu mavi renk verdiği için titrasyonda patates nişastası kullanılması önerilmektedir. Muadil reaktifler de kullanılabilir.

5.10 Potasyum iyodat (KIO_3) hacimsel standardı, ikincil referans malzeme, National Institute of Standards and Technology (NIST, Gaithersburg, MD, USA) kurumuna izlenebilir.

5.11 Hidroklorik Asit, $c(\text{HCl}) = 4\text{ mol/l}$.

6 Cihaz ve malzemeler

Genel laboratuvar alet ve malzemeleri:

6.1 Erlen, 250 ml'lik, ağzı traşlı cam kapaklı

6.2 Büret, en az 0,05 ml taksimatlı 10 ml veya 25 ml kapasiteli , tercihen otomatik sıfır ayarlı (pelet titratörler)

6.3 Manuel yada otomatik dozajlama ünitesi, 20 ml kapasiteli, en az 10 μl çözünürlüğü ve $\pm 0,15\%$ doğruluğu olan (piston büret)

6.4 Pipetler, 0,5 ml , 1 ml , 10 ml ve 100 ml kapasiteli (veya otomatik pipetler)

6.5 Ölçülü Silindirler, 50 ml ve 100 ml kapasite

6.6 Analitik terazi, 0,001 g okunabilirliği olan

6.7 Manyetik Karıştırıcı, (2,5 cm) karıştırma çubuğu ve ısıtma plakası olan

6.8 Balon Joje, 1000 ml kapasiteli

6.9 Balon Joje, 250 ml kapasiteli

6.10 Balon Joje, 500 ml kapasiteli

6.11 Mikrodalga Fırın, mikrodalga fırın, dikkatli ve doğru bir şekilde katı örnekleri eritmek için kullanılabilir. Mikrodalga fırın peroksit değerinde herhangi bir artışa neden olmaz. İleride uygun koşullar test edilecektir.

7 Numune alma

Laboratuvarın teslim aldığı numunenin, alındığı ürünü tam olarak temsil etmesi ve taşıma veya depolama sırasında hasar görmemiş veya değişmemiş olması önemlidir.

Numune alma bu standardda belirtilen yöntemin bir bölümü değildir. Tavsiye edilen bir numune alma yöntemi ISO 5555'te verilmiştir.

8 Deney numunesinin hazırlanması

Deney numunesi ISO 661'e göre hazırlanır.

Laboratuvar numunesinden, önce peroksit değeri tayini için deney numunesi alınmalıdır ve peroksit değeri hemen belirlenmelidir.

Isıtmadan ve havayla temas etmeden numuneyi homojenize edilir. Direkt güneş ışığından kaçının. Katı numuneleri erime noktalarından 10 °C üstüne ısıtın. Görünür safsızlıkları olan numuneler süzülmalıdır; süzme işlemi, deney raporunda belirtilir.

Bazı ürünlerde , özütlenmiş yağ miktarı 5 g dan daha az olabilir, ya da yağın peroksit değeri kilogram başına aktif oksijen cinsinden 30 milieşdeğer olabilir. Bu durumlarda, daha küçük numune kütlesi alınmalıdır (Bakınız Madde 12 f)

9 İşlem

9.1 Genel

Deney yapay ışıktaki veya direk olmayan gün ışığında yapılır. Doğrudan güneş ışığına maruz kalmasından kaçının. Tüm deney kaplarının oksitleyici veya indirgeyici bileşenlerden arınmış olması gerekmektedir. Standard sodyum tiyosülfat çözeltisini koyu renkli cam şişelerde muhafaza edin.

9.2 0,01 N standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin hazırlanması ve derişiminin belirlenmesi

9.2.1 0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin hazırlanması

1000 ml'lik balon jojeye (6.8) 100 ml Standard sodyum tiyosülfat çözeltisi (5.7) pipet (6.4) yardımıyla ilave edilir. İşaret çizgisine kadar kaynamış su ile seyreltilir (5.1). Homojenize hale getirdikten sonra 0.01 N sandard sodyum tiyosülfat çözeltisi karanlık bir şişeye aktarılır.

Kullanmadan önce 0,01 N standard sodyum tiyosülfat çözeltisi 0,1 N standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin seyreltilmesi ile elde edilir. Deneyin kararlılığı pH değeri ve serbest karbondioksit miktarına bağlıdır. Seyreltme için sadece taze kaynatılmış ve imkan dahilinde nitrojen ile arındırılmış su kullanılmadır.

9.2.2 0,01 N standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin derişiminin belirlenmesi (faktör tayini)

0,001 mg hassasiyetteki analitik terazide 250 ml lik veya 500 ml lik balon jojenin içine (6.9 veya 6.10) 0,27g - 0,33 gr potasyum iyodürü (KIO_3) tartın ve işaret çizgisine kadar yeni kaynatılmış ve oda sıcaklığına soğutulmuş su ile seyreltin.

Pipet (6.4) yardımıyla 250 mL'lik erlenin (6.1) içine 5 yada 10 ml potasyum iyodür çözeltisini ilave edin. 25 mg - 50 mg potasyum iyodüre (5.5) ya da 0,5 ml doymuş potasyum iyodür çözeltisi (5.6), 60 ml yeni kaynamış su, 5ml 4 mol/l hidroklorik asit ilave edin.

0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin faktörünü tayin etmek için iyodometrik yöntem kullanarak bu çözeltiyi titre edin.(9.2.1'e bakın)

Aşağıdaki formülü kullanarak 0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin derişimini , c_{stand} , hesaplayın:

Değiştirilmiş Alan Kodu

$$c_{stand} = \frac{m_{KIO_3} \times V_1 \times 6 \times 1\,000 \times \rho_{KIO_3}}{M_{KIO_3} \times V_2 \times V_3 \times c_{thio} \times 100}$$

m_{KIO_3} Potasyum İyodürün kütlesi, g

6 Derişim için eşdeğer kütle (1 mol KIO_3 = 3 mol I_2);

V_1 Derişimin belirlenmesinde kullanılan potasyum iyodür çözeltisinin hacmi (5 ml yada 10 ml);

V_2 Potasyum iyodür çözeltisinin toplam hacmi,ml (250 ml ya da 500 ml);

V_3 Deneyde kullanılan 0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin hacmi, ml

ρ_{KIO_3} Potasyum iyodürün kütlece konsantrasyonu, g/ 100 gr

M_{KIO_3} Potasyum İyodürün molekül ağırlığı (214 g/mol);

c_{thio} 0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin yaklaşık derişimi, mol/l (= 0,01)

9.2 Peroksit değerinin belirlenmesi

9.3.1 Temizlenmiş erlen nitrojen veya karbondioksit ile durulanır. Erlene 0,1 mg hassasiyetle aşağıdakiler tartılır:

a) Beklenen peroksit değeri 1 ile 30 arasında olan deney numunesinden 5,0 g \pm 0,1 g ya da;

b) Beklenen peroksit değeri 0 ile 1 arasında olan deney numunesinden 10,0 g \pm 0,1 g

Deneyden önce erleni yükseltgeyici veya indirgeyici bileşenlerden arındırmak için buzlu asetik asit/ izookton çözeltisi (5.4) ile temizleyin.

9.3.2 Deney numunesine 50 ml asetik asit/izooktan çözeltisi ilave edin Erleni, numune çözününceye kadar hafifçe çalkalayın. Eğer erime sıcaklığı yüksekse (hayvansal yağlar ve sert yağlar), erimiş yağa 20 ml izooktan çözeltisini (5.3) hafifçe çalkalayarak ilave edin ve hiç beklemeden 30 ml buzlu asetik asit çözeltisini (5.2) ilave edin. Gerekğinde deney numunesini hafifçe ısıtın.

9.3.3 Erlene 0,5 ml doymuş potasyum iyodür çözeltisi (5.6) ilave edin. Erlenin kapağını kapatın ve vorteks oluşturmayaacak şekilde manyetik karıştırıcı (6.7) ile veya hava almayacak şekilde tam olarak 60 saniye süreyle manuel olarak karıştırın (kronometre ± 1 saniye yaklaşımlı).

9.3.4 Erlenin kapağını açın ve hiç beklemeden 100 ml damıtık su ilave edin. Cam kapağı durulayın ve çalkalayın.

9.3.5 0,5 ml nişasta çözeltisini ekledikten sonra hemen açığa çıkan iyot 0,01 N ayarlı sodyum tiyosülfat çözeltisi (5.8) ile koyu mor renkten renksiz hale gelinceye kadar titre edin. Çözelti 30 sn. renksiz olunca titrasyona son verin.

Not 1 - Aşağıdaki faz titre edilir. 0,01 N ayarlı sodyum tiyosülfat çözeltisi (5.8) ile titrasyon sırasında renk değişiminde 15 ile 30 sn. arasında bir gecikme olur.

Not 2 - Peroksit değerinin 1 'in altında olması durumunda nişasta çözeltisi titrasyonun başında ilave edilebilir.

9.3.6 Tanık deneyde (boş numunede), 0,01 N tiyosülfat çözeltisi 0,1 ml den fazla kullanılmamalıdır. Eğer tanık deney daha yüksekse, doymuş potasyum iyodür çözeltisini uygun olmayacağı için değiştirin.

10 Hesaplama ve sonuçların gösterilmesi

Kilogramdaki aktif oksijenin milieşdeğer olarak ifadesi olan peroksit sayısı (PV) aşağıdaki formül ile hesaplanır:

$$PV = \frac{(V - V_0) \times c_{thio} \times c_{stand} \times 1\,000}{m}$$

V Deneyde kullanılan 0,01 N standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin hacmi , ml

V_0 Tanık deney için kullanılan 0,01 N standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin hacmi, ml

c_{stand} 9.2 ye göre belirlenen 0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin tam derişimi, mol/l

c_{thio} 0,01 N Standard sodyum tiyosülfat çözeltisinin yaklaşık derişimi, mol/l (= 0,01);

m Deney numunesinin kütlesi, gr.

Sonuçlar virgülden sonra bir basamak olacak şekilde raporda belirtilir.

11 Kesinlik

11.1 Laboratuvarlar arası karşılaştırma deneyi

Yöntemin kesinliği için laboratuvarlar arası deney sonuçları Ek A'da verilmiştir. Bu laboratuvarlar arası deneylerden türetilen değerler verilenlerden başka derişim dağılımları ve matrislere uygulanamaz

11.2 Tekrarlanabilirlik

İki tekli bağımsız deney sonuçları arasındaki mutlak fark, kısa zaman içinde, aynı laboratuvar da aynı kişi tarafından aynı teçhizatı kullanarak, aynı deney malzemesinde aynı yöntemle elde edilmiş iki bağımsız tekli deney sonucu arasındaki mutlak fark, Çizelge 1 ve Çizelge 1'de verilen sınır değeri en çok % 5'inde aşabilir.

11.3 Uyarlık

Farklı laboratuvarlarda farklı kişiler tarafından farklı teçhizatı kullanarak, aynı deney malzemesinde aynı yöntemle elde edilmiş iki bağımsız tekli deney sonucu arasındaki mutlak fark, Çizelge 1 ve Çizelge 2'de verilen sınır değeri en çok % 5'inde aşabilir.

12 Deney raporu

Deney raporunda en az aşağıdaki bilgiler bulunmalıdır:

- a) Numunenin tanıtılması için gerekli bütün bilgiler,
- b) Biliniyorsa numune alma yöntemi,
- c) Bu satırdarda göre kullanılan deney yöntemi ,
- d) Bu standartta belirtilmeyen veya isteğe bağlı olarak dikkate alınan, sonuçları etkilemiş olabilecek herhangi bir işlemin ayrıntıları ile birlikte, bütün işlem ayrıntıları,
- e) Elde edilen deney sonucu (sonuçları) yada tekrarlanabilirlik kontrol edilmişse elde edilen nihai sonuç
- f) Kullanıcıların daha az deney numunesi tercih edip etmediği.

Numune miktarı sonucu etkilediği için bu, raporla birlikte verilmelidir.

Ek A (Bilgi amaçlı)

Laboratuvarlar arası deneylerin sonuçları

9 ülkede 23 laboratuvarlarını kapsayan uluslararası işbirliği ile aşağıdaki örnekler üzerinde bir deney gerçekleştirilmiştir:

A: Rafine ayçiçeği / kolza tohumu yağı (1:1)	G: İçyağı
B: Zeytin yağı (rafine ve sızma zeytinyağı karışımı)	H: Domuz yağı
C: Sızma zeytinyağı	I: Palmiye yağı
D: Sızma zeytinyağı	J: Palm stearin
E: Kolza tohumu yağı, eski	K: Hindistancevizi yağı
F: Yemeklik Olmayan Zeytinyağı	

Bu deney, 2004/2005 yılında Alman Standardizasyon Kuruluşu (DIN) tarafından organize edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 1 'de gösterilen kesin verileri temin etmek üzere, ISO 5725-1 ve ISO 5725-2 uyarınca istatistiksel analize tabi tutulmuştur.

Çizelge 1 - Oda sıcaklığında sıvı haldeki yağlarla yapılan deney

	Numune					
	A	B	C	D	E	F
Deneye katılan laboratuvar sayısı	23	23	21	23	23	23
Sapmalardan elendikten sonraki laboratuvar sayısı	21	21	18	22	23	22
Kalan laboratuvarlardan gelen deney sonucu sayısı	42	42	36	44	46	44
Ortalama, milieşdeğer /kg	1,63	3,21	8,34	12,04	19,02	26,92
Tekrarlanabilirlik standard sapması, s_r , milieşdeğer /kg	0,10	0,08	0,25	0,26	0,36	0,33
Tekrarlanabilirlik relatif Standard Sapması, %	6,0	2,6	3,0	2,2	1,9	1,2
Tekrarlanabilirlik Limiti, r ($= 2,8 s_r$), milieşdeğer /kg	0,27	0,23	0,69	0,73	1,01	0,92
Uyarlık standard sapması, s_R , milieşdeğer /kg	0,22	0,46	0,80	1,07	1,71	3,06
Uyarlık relatif standard sapması, %	13,3	14,2	9,6	8,9	9,0	11,4
Uyarlık sınırı, R ($= 2,8 s_R$), milieşdeğer /kg	0,61	1,28	2,25	3,00	4,78	8,57

Çizelge 2 - Oda sıcaklığında katı haldeki yağlarla yapılan deney

	Sample					
	G	H	I	J	K (5 g)	K (10 g)
Deneye katılan laboratuvar sayısı	16	16	16	16	16	16
Sapmalardan elendikten sonraki laboratuvar sayısı	15	15	14	12	13	11
Kalan laboratuvarlardan gelen deney sonucu sayısı	30	30	28	24	26	22
Ortalama, milieşdeğer /kg	1,60	3,67	2,99	4,77	0,55	0,71
Tekrarlanabilirlik standard sapması, s_r , milieşdeğer /kg	0,07	0,09	0,08	0,17	0,06	0,04
Tekrarlanabilirlik relatif Standard Sapması, %	4,6	2,3	2,7	3,66	11,4	6,0
Tekrarlanabilirlik Limiti, r ($= 2,8 s_r$), milieşdeğer /kg	0,20	0,24	0,22	0,49	0,17	0,12
Uyarlık standard sapması, s_R , milieşdeğer /kg	0,45	0,48	0,44	0,27	0,19	0,25
Uyarlık relatif standard sapması, %	28,0	13,0	14,7	5,6	34,7	34,8
Uyarlık sınırı, R ($= 2,8 s_R$), milieşdeğer /kg	1,25	1,33	1,23	0,75	0,53	0,69

Kaynaklar

- [1] ISO 3976:2006, *Milk fat - Determination of peroxide value*
- [2] ISO 5555:2001, *Animal and vegetable fats and oils - Sampling*
- [3] ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 1: General principles and definitions*
- [4] ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*
- [5] ISO 27107, *Animal and vegetable fats and oils - Determination of peroxide value - Potentiometric endpoint determination*