

PEROKSYDTALL, WHEELER

Definisjon

Metoden bestemmer alle substanser som oksyderer kaliumjodid til fritt jod under analysebetingelsene. Substansene antas å være peroksyder og liknende fettoksydasjonsprodukter. Peroksydallet angis enten i milliekvivalenter peroksyd pr. 1000 g fett eller i ml 0,002 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ forbrukt pr. gram fett, tilsvarende millimol peroksyd pr. 1000 g fett. Den siste enheten brukes ved Sentrallaboratoriet.

Anvendelse

Metoden anvendes på alle normale fett og oljer inkludert margarin. Om nødvendig ekstraheres først fett ut fra fettholdig prøvemateriale under minst mulig påvirkning fra luftens oksygen.

Reagenser

1. Iseddik-kloroform-løsning. 3 deler iseddik blandes med 2 deler kloroform.
2. Kaliumjodid-løsning. 100 ml av en 0,3 % Na_2CO_3 -løsning i kokt, destillert vann tilsettes KJ-krystaller til metning. Oppbevares på mørk flaske.
3. Natriumtiosulfat, 0,01 N. I en 1 liters målekolbe fylles 100 ml 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ og 10 ml isoamylalkohol. Flasken fylles opp med 0,01 %-ig Na_2CO_3 -løsning. Reagentet innstilles og oppbevares på mørk flaske. Holdbarhet ca. 4 uker.
4. 1 % stivelsesoppløsning. 10 g stivelse tilsettes til 1 liter kokt, destillert vann. Etter et lite oppkok avkjøles løsningen og konserveres med 1,25 g benzosyre. Oppbevares i kjøleskap.

Apparatur

- a. Erlenmeyerkolber, 250 ml, med slip-propp, B 24 eller B 29
- b. Byrette, 5 ml, med 0,02 ml inndeling
- c. Nitrogenflaske med reduksjonsventil
- d. Magnetrorer

Utførelse

Alt arbeide med kloroform og iseddik må foregå i avtrekksskap.

Oljer og fett: 5 g fett veies inn i Erlenmeyerkolbe, løses i 30 ml iseddik/kloroform (1) og tilsettes 0,5 ml mettet kaliumjodid-løsning (2). Luften over løsningen fortrenses med nitrogen, hvorpå en lar prøven stå mørkt og reagere i 60 sekunder under svak rotering. Deretter tilsettes 30 ml destillert vann, og det titreres med 1/100 N natriumtiosulfat (3), med 0,5 ml stivelsesopløsning (4) som indikator. Når titreringen nærmer seg endepunktet, settes korken i, og det rystes kraftig. Videre foretas dråpevis titrering til all blåfarge er forsvunnet.

Blindprøve av bare reagenser analyseres på samme måte.

Våtfôr, fiskefarse: 100 g farse knas med vannfri natriumsulfat til tørt pulver. Materialet overføres til kolbe, tilsettes 250 ml kloroform, og luften i kolben fordrives med nitrogen. Det ekstraheres i rystemaskin en time og filtreres. Mengde fett bestemmes i 25 ml filtrat. En ny alikvot på 25 ml pipetteres ut i Erlenmeyerkolbe, tilsettes 37 ml iseddik og 1 ml mettet kaliumjodidopløsning. Kolben stilles i mørke under svak rotering i 1 minutt. Det tilsettes 50 ml vann + stivelsesindikator og titreres med 1/100 N tiosulfat.

Blindprøve analyseres som angitt under Oljer og fett.

Tørrfôr: Det kan være aktuelt å bestemme peroksydtallet i tørrfôr til husdyr eller damfisk. Fettet ekstraheres på samme måte som for våtfôr. Mengde prøve tilpasses etter fettinnhold og mengde natriumsulfat etter prøvens vanninnhold.

Beregning

Peroksydtallet, m mol peroksyd/1000g (ml 0,002 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ /g) = $\frac{5 \cdot f (V_1 - V_2)}{W}$

V_1 = Prøvens titrerforbruk, ml 0,01 N tiosulfat

V_2 = Blindprøvens titrerforbruk, ml 0,01 N tiosulfat

W = Mengde fett, gram

f = Faktor for 0,01 N tiosulfat

Henvisning

DGF-Einheitsmethoden-Abteilung C-Fette. C-VI 6a (53).