

## Lemak dan minyak hewani dan nabati — Penentuan bilangan peroksida — Penentuan titik akhir secara iodometri (visual)

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

(ISO 3960:2017, MOD)

“Apabila diketahui RSNI ini mengandung kekayaan intelektual, pihak yang berkepentingan diminta untuk memberikan informasi beserta data pendukung (pemilik kekayaan intelektual, bagian yang terkena kekayaan intelektual, alamat pemberi kekayaan intelektual, dan lain-lain).”



## Daftar isi

Daftar isi .....	i
Prakata .....	ii
Pendahuluan .....	iv
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif .....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Prinsip.....	2
5 Pereaksi.....	2
6 Peralatan .....	3
7 Pengambilan contoh .....	4
8 Penyiapan contoh uji.....	4
9 Prosedur .....	4
9.1 Umum.....	4
9.2 Penyiapan dan penentuan titer larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N .....	5
9.2.1 Penyiapan larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N .....	5
9.2.2 Penentuan titer larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N (faktor penentuan) .....	5
9.3 Penetapan bilangan peroksid.....	5
10 Perhitungan dan pernyataan hasil.....	6
11 Presisi metode .....	7
11.1 Uji antar laboratorium .....	7
11.2 <i>Repeatability</i> .....	7
11.3 <i>Reproducibility</i> .....	7
12 Laporan hasil uji.....	7
Lampiran A (informatif) Hasil uji antar laboratorium .....	8
Bibliografi.....	20

## Prakata

SNI ISO 3960:2017, *Lemak dan minyak hewani dan nabati — Penetapan bilangan peroksida — Penentuan titik akhir secara iodometri (visual)*, merupakan standar revisi dari SNI ISO 3960:2015, Lemak dan minyak hewani dan nabati — Penetapan bilangan peroksida — Penentuan titik akhir secara iodometri (visual). Standar ini disusun dengan jalur adopsi tingkat keselarasan modifikasi dari ISO 3960:2017, *Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value — Iodometric (visual) endpoint determination*, dengan metode adopsi terjemahan dua bahasa dan ditetapkan oleh BSN Tahun 2024.

Standar ini menggantikan SNI ISO 3960:2015, *Lemak dan minyak hewani dan nabati — Penetapan bilangan peroksida — Penentuan titik akhir secara iodometri (visual)*, yang disusun dengan metode adopsi *republication-reprint* dari ISO 3960:2007 *Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value — Iodometric (visual) endpoint determination* dan ditetapkan oleh BSN pada Tahun 2015.

Perubahan utama dari ISO 3960:2017 yang diadopsi dengan ISO 3960:2007 adalah perubahan ruang lingkup, mengecualikan lemak yang berasal dari susu dan produk susu.

Modifikasi dalam Standar ini adalah pada Pasal 7 Pengambilan contoh:

- Istilah “*should have been*” diterjemahkan sebagai “harus”, karena penanganan contoh merupakan hal yang penting dan harus diperhatikan.
- Narasi Pasal 7 Paragraf 1 sebagai berikut “sampel yang representatif harus dikirimkan ke laboratorium dan tidak boleh rusak atau berubah selama pengangkutan atau penyimpanan”.

Dalam Standar ini istilah “*this document*” pada standar ISO 3960:2017 yang diadopsi, diganti dengan “*this Standard*” dan diterjemahkan menjadi Standar ini.

Terdapat standar yang dijadikan sebagai acuan normatif dalam Standar ini telah diadopsi menjadi SNI, yaitu:

- ISO 661:2003, *Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample* telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik menjadi SNI ISO 661:2015, *Lemak dan minyak hewani dan nabati — Persiapan contoh uji*.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 19-06 Metode Pengujian Kimia Pangan. Standar ini telah dibahas dalam rapat teknis dan disepakati dalam rapat konsensus melalui telekonferensi pada tanggal 5 September 2024, dengan dihadiri oleh para pemangku kepentingan (*stakeholder*) terkait, yaitu perwakilan dari pemerintah, pelaku usaha, konsumen, dan pakar. Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal ..... 2024 sampai dengan tanggal ..... 2024, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Dalam Standar ini, bentuk verbal berikut digunakan:

- “harus” menunjukkan persyaratan;
- “sebaiknya” menunjukkan rekomendasi;

- “boleh” menunjukkan izin;
- “dapat” menunjukkan kemungkinan atau kemampuan.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ISO 3960:2017 (E) dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari Standar ini dapat berupa hak kekayaan intelektual. Namun selama proses perumusan SNI, Badan Standardisasi Nasional telah memperhatikan penyelesaian terhadap kemungkinan adanya hak kekayaan intelektual terkait substansi SNI. Apabila setelah penetapan SNI masih terdapat permasalahan terkait hak kekayaan intelektual, Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab mengenai bukti, validitas, dan ruang lingkup dari hak kekayaan intelektual tersebut.

Terdapat beberapa informasi dalam Standar ini yang telah disepakati oleh Komite Teknis 19-06 Metode Pengujian Kimia Pangan untuk diperhatikan, yaitu:

- Air yang digunakan dalam Standar ini sesuai dengan 5.1 (bebas mineral, dididihkan dan didinginkan hingga 20 °C).
- Pada 5.2 istilah “*mass fraction*” diterjemahkan sebagai “fraksi bobot” dan dimaknai sebagai % bobot/bobot atau % b/b.
- Pada 5.4 istilah “*volume fraction*” diterjemahkan sebagai “fraksi volume” dan dimaknai sebagai % volume/volume atau % v/v.
- Pada 5.10 Kalium Iodat ( $KIO_3$ ) dimaknai bahwa spesifikasi yang dapat tertelusur ke National Institute of Standards and Technology (NIST).
- Pada 9.2.2 setelah air dididihkan, air didiamkan terlebih dahulu hingga mencapai suhu ruang sebelum dilakukan langkah selanjutnya.

## Pendahuluan

Selama bertahun-tahun, berbagai metode telah dikembangkan untuk penentuan peroksida dalam lemak dan minyak. Prinsip umum dari sebagian besar metode adalah pembebasan *iodium* dari kalium iodida dalam medium asam. Metode menurut Wheeler telah distandardisasi selama lebih dari 50 tahun lalu oleh berbagai badan standardisasi, dan telah banyak digunakan untuk mengendalikan komoditas oleh produsen, penerima dan laboratorium. Dalam peraturan pangan nasional dan internasional (termasuk Codex Alimentarius), batas yang dapat diterima untuk bilangan peroksida sering kali ditentukan. Karena anomali di *reproducibility* hasil, terlihat bahwa ada sedikit perbedaan antara metode yang distandardisasi. Hal yang sangat penting adalah ketergantungan hasil pada jumlah contoh yang digunakan untuk penentuan. Karena penentuan bilangan peroksida (BP) merupakan prosedur yang sangat empiris, ISO/TC 34/SC 11 memutuskan untuk menetapkan bobot contoh pada 5 g untuk bilangan peroksida lebih besar dari 1, dan 10 g untuk bilangan peroksida lebih kecil atau sama dengan 1, dan untuk membatasi penggunaan metode ini pada lemak dan minyak hewani dan nabati dengan bilangan peroksida dari 0 meq hingga 30 meq (miliekuivalen) oksigen aktif per kilogram. Pengguna Standar ini sebaiknya memperhatikan bahwa hasil yang diperoleh mungkin sedikit lebih rendah dibandingkan dengan standar sebelumnya.

## **Lemak dan minyak hewani dan nabati — Penentuan bilangan peroksida — Penentuan titik akhir secara iodometri (visual)**

### **1 Ruang lingkup**

Standar ini menetapkan metode penentuan bilangan peroksida lemak dan minyak hewani dan nabati secara iodometri dengan deteksi titik akhir visual. Bilangan peroksida adalah ukuran jumlah oksigen yang terikat secara kimia pada minyak atau lemak sebagai peroksida, khususnya hidroperoksida.

Metode ini berlaku untuk semua lemak dan minyak hewani dan nabati, asam lemak dan campurannya dengan bilangan peroksida dari 0 meq hingga 30 meq (miliekuivalen) oksigen aktif per kilogram. Hal ini juga berlaku untuk margarin dan olesan lemak dengan kadar air yang bervariasi. Metode ini tidak sesuai untuk lemak susu dan tidak berlaku untuk lesitina.

Perlu dicatat bahwa bilangan peroksida adalah parameter dinamis, yang nilainya bergantung pada riwayat contoh. Selain itu, penentuan bilangan peroksida merupakan prosedur yang sangat empiris dan nilai yang diperoleh bergantung pada bobot contoh. Ditekankan bahwa, karena bobot contoh yang ditentukan, bilangan peroksida yang diperoleh dapat sedikit lebih rendah dibandingkan jika menggunakan bobot contoh yang lebih sedikit.

Susu dan produk susu (atau lemak yang berasal dari susu dan produk susu) tidak termasuk dalam ruang lingkup Standar ini.

**CATATAN 1** Metode yang dipilih untuk penentuan iodometri bilangan peroksida lemak susu ditentukan dalam ISO 3976.

**CATATAN 2** Metode penentuan potensiometri bilangan peroksida diberikan dalam ISO 27107.

### **2 Acuan normatif**

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penerapan Standar ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang disebutkan yang berlaku. Untuk acuan tidak bertanggal, berlaku edisi terakhir dari dokumen acuan tersebut (termasuk seluruh perubahan/amendemennya).

ISO 661, *Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample*

### **3 Istilah dan definisi**

Untuk penggunaan Standar ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

ISO dan IEC memelihara pangkalan data terminologi untuk digunakan dalam standardisasi di alamat berikut:

- Platform penjelajahan ISO *Online*: tersedia di <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: tersedia di <http://www.electropedia.org/>

### 3.1

#### bilangan peroksida

**BP**

jumlah zat dalam contoh, dinyatakan dalam oksigen aktif, yang mengoksidasi kalium iodida pada kondisi yang ditentukan dalam Standar ini.

Catatan 1 untuk entri: Bilangan peroksida biasanya dinyatakan dalam miliekuivalen (meq) oksigen aktif per kilogram minyak, namun diperbolehkan juga dinyatakan (dalam satuan SI) sebagai milimol (mmol) oksigen aktif per kilogram minyak. Nilai yang dinyatakan dalam milimol oksigen aktif per kilogram adalah setengah dari nilai yang dinyatakan dalam miliekuivalen oksigen aktif per kilogram. Perkalian bilangan peroksida (meq oksigen aktif per kilogram) dengan bobot ekivalen oksigen (sama dengan 8) menghasilkan miligram oksigen aktif per kilogram minyak.

## 4 Prinsip

Contoh uji dilarutkan dalam isooktana dan asam asetat glasial, dan ditambahkan kalium iodida. *Iodium* yang dibebaskan oleh peroksida ditentukan secara iodometri (visual) dengan indikator pati dan larutan standar natrium tiosulfat. Titik akhir titrasi ditentukan secara iodometri (visual).

## 5 Pereaksi

**PERINGATAN — Perlu diperhatikan peraturan nasional yang menetapkan penanganan bahan berbahaya dan kewajiban penggunanya. Langkah-langkah keselamatan teknis, organisasi dan personal harus diikuti.**

Hanya gunakan pereaksi dengan derajat analisis yang diakui, kecuali ditentukan lain. Semua pereaksi harus bebas dari oksigen terlarut.

**5.1 Air**, bebas mineral, dididihkan dan didinginkan hingga 20 °C.

**5.2 Asam asetat glasial**, fraksi bobot 100%; dihilangkan gasnya dalam penangas ultrasonik dalam kondisi vakum atau dibersihkan dengan aliran gas *inert* murni dan kering (karbon dioksida atau nitrogen).

**5.3 Isooktana**, dihilangkan gasnya dalam penangas ultrasonik dalam kondisi vakum atau dibersihkan dengan mengalirkan gas *inert* murni dan kering (karbon dioksida atau nitrogen).

**5.4 Larutan asam asetat glasial/ isoooktana**, dibuat dengan mencampurkan 60 ml asam asetat glasial dan 40 ml isoooktana (fraksi volume asam asetat glasial:  $\varphi = 60 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ , dan fraksi volume isoooktana:  $\varphi = 40 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ ).

Campuran dihilangkan gasnya dalam penangas ultrasonik dalam kondisi vakum atau dibersihkan dengan mengalirkan gas *inert* murni dan kering (karbon dioksida atau nitrogen).

**5.5 Kalium iodida**, bebas iodium dan iodat.

**5.6 Larutan kalium iodida jenuh**, konsentrasi bobot  $\rho(\text{KI}) = 175 \text{ g}/100 \text{ ml}$ .

Larutkan sekitar 14 g kalium iodida dalam sekitar 8 g air yang baru dididihkan pada suhu ruang. Pastikan larutan tetap jenuh (kristal tidak larut). Simpan di tempat gelap dan siapkan secara segar setiap kali akan digunakan. Uji larutan sebagai berikut: tambahkan dua tetes larutan pati ke dalam 0,5 ml kalium iodida dalam 30 ml larutan asam asetat glasial/isoooktana (5.4). Jika

terbentuk warna biru dan jika diperlukan lebih dari satu tetes larutan standar natrium tiosulfat (5.7) untuk menghilangkannya, buang larutan kalium iodida.

#### **5.7 Larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .**

Gunakan hanya air yang baru saja dididihkan untuk menyiapkan larutan ini, sedapat mungkin dibersihkan dengan mengalirkan nitrogen. Larutan ini dapat digunakan selama satu bulan dan disimpan dalam botol *amber-stained*.

#### **5.8 Larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$ (lihat 9.2).**

Larutan ini perlu disiapkan secara segar dari larutan standar natrium tiosulfat 0,1 mol/l sebelum digunakan atau untuk menentukan titernya setiap hari. Pengalaman menunjukkan bahwa stabilitasnya terbatas dan bergantung pada nilai pH dan kandungan karbon dioksida bebas. Gunakan hanya air yang baru dididihkan untuk pengenceran, sedapat mungkin dibersihkan dengan mengalirkan nitrogen.

#### **5.9 Larutan pati**, konsentrasi bobot $\rho = 1 \text{ g}/100 \text{ ml}$ . Campurkan 0,5 g pati dan sedikit air dingin. Tambahkan campuran ini sambil diaduk, ke dalam 50 ml air mendidih, didihkan selama beberapa detik dan segera dinginkan.

Larutan harus disiapkan secara segar setiap kali akan digunakan.

Disarankan untuk menggunakan tepung kentang untuk iodometri karena tepung ini memberikan warna biru yang lebih gelap. Perekensi yang setara juga diperbolehkan digunakan.

#### **5.10 Standar volumetrik kalium iodat ( $\text{KIO}_3$ )**, bahan referensi sekunder, yang tertelusuri ke National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD, AS.

#### **5.11 Asam klorida**, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$ .

### **6 Peralatan**

Peralatan laboratorium yang umum dan khusus, sebagai berikut.

#### **6.1 Labu Erlenmeyer**, kapasitas 250 ml, dengan leher datar dan tutup gelas datar.

#### **6.2 Buret**, kapasitas 10 ml atau 25 ml, dengan skala minimal 0,05 ml, lebih baik bila menggunakan buret dengan pengatur nol otomatis/*automatic zero adjustment* (*pellet titrators*).

#### **6.3 Unit pengatur dosis manual atau otomatis**, kapasitas 20 ml, dengan resolusi paling sedikit 10 $\mu\text{l}$ dan akurasi $\pm 0,15\%$ (contohnya sebuah buret piston).

#### **6.4 Pipet**, kapasitas 0,5 ml, 1 ml, 10 ml dan 100 ml (atau pipet otomatis).

#### **6.5 Gelas ukur**, kapasitas 50 ml dan 100 ml.

#### **6.6 Neraca analitik**, dapat dibaca hingga 0,0001 g.

#### **6.7 Pengaduk magnetik**, dengan batang pengaduk magnetik (2,5 cm) dan pelat pemanas.

#### **6.8 Labu takar**, kapasitas 1.000 ml.

6.9 **Labu takar**, kapasitas 250 ml.

6.10 **Labu takar**, kapasitas 500 ml.

#### 6.11 ***Microwave oven***

*Microwave oven* diperbolehkan digunakan untuk melelehkan contoh padat dengan cara yang mudah dan cepat. Penggunaan *microwave oven* dengan hati-hati dan sesuai tidak akan menyebabkan peningkatan bilangan peroksidanya. Kondisi yang sesuai harus diuji terlebih dahulu.

### 7 Pengambilan contoh

Contoh yang dikirim ke laboratorium harus representatif. Contoh tersebut tidak boleh rusak atau berubah selama pengangkutan atau penyimpanan

Pengambilan contoh bukan bagian dari metode yang ditentukan dalam Standar ini. Metode pengambilan contoh yang direkomendasikan terdapat pada ISO 5555.

### 8 Penyiapan contoh uji

Siapkan contoh uji sesuai ISO 661.

Contoh uji harus segera diambil dan segera ditetapkan bilangan peroksidanya.

Homogenkan contoh, sedapat mungkin tanpa pemanasan dan tanpa aerasi. Hindari radiasi matahari langsung. Panaskan contoh padat dengan hati-hati hingga 10 °C di atas titik lelehnya. Contoh mengandung pengotor yang tampak, harus disaring; penyaringan harus dicatat dalam laporan uji.

Untuk beberapa produk, kuantitas lemak/minyak yang diekstraksi dapat kurang dari 5 g, atau bilangan peroksidanya dapat melebihi 30 meq oksigen aktif per kilogram. Dalam kasus ini, personel yang melakukan analisis sebaiknya mengambil bobot contoh yang lebih sedikit (lihat Pasal 12 f).

### 9 Prosedur

#### 9.1 Umum

Lakukan semua langkah pada kondisi cahaya yang membaur (baik cahaya matahari atau cahaya buatan). Hindari paparan sinar matahari langsung. Pastikan semua peralatan bebas dari senyawa pengoksidasi atau pereduksi.

Simpan larutan standar natrium tiosulfat dalam botol *amber-stained*.

## 9.2 Penyiapan dan penentuan titer larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N

### 9.2.1 Penyiapan larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N

Dengan menggunakan pipet (6.4), pindahkan 100 ml larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N (5.7) ke dalam labu volumetrik berkapasitas 1.000 ml (6.8). Encerkan sampai tanda tera menggunakan air yang baru dididihkan (5.1). Setelah homogenisasi, pindahkan larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N yang diperoleh ke dalam botol *amber-stained*.

Setiap kali akan digunakan, siapkan larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N secara segar dari larutan standar natrium tiosulfat 0,1 N, atau tentukan titernya. Pengalaman menunjukkan bahwa stabilitasnya terbatas dan bergantung pada nilai pH dan kandungan karbon dioksida bebas. Hanya gunakan air yang baru dididihkan untuk pengenceran, sedapat mungkin dibersihkan dengan mengalirkan nitrogen.

### 9.2.2 Penentuan titer larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N (penentuan faktor)

Timbang, dengan ketelitian 0,001 g, 0,27 g hingga 0,33 g kalium iodat ( $KIO_3$ ) ke dalam labu takar (250 ml atau 500 ml) (6.9 atau 6.10) dan encerkan hingga tanda tera dengan air yang baru dididihkan (5.1), dinginkan hingga suhu ruang.

Dengan menggunakan pipet (6.4), pindahkan 5 ml atau 10 ml larutan kalium iodat ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml (6.1). Tambahkan 60 ml air yang baru dididihkan, 5 ml dari 4 mol/l asam klorida dan 25 mg hingga 50 mg kalium iodida (5.5) atau 0,5 ml larutan kalium iodida jenuh (5.6).

Titrasi larutan ini menggunakan metode iodometri (visual) untuk menentukan faktor larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N (lihat 9.2.1).

Hitung faktor, F, larutan natrium tiosulfat 0,01 N dengan menggunakan Rumus (1):

$$F = \frac{m_{KIO_3} \cdot V_1 \cdot 6 \cdot 1.000 \cdot w_{KIO_3}}{M_{KIO_3} \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot c_{thio} \cdot 100} \quad (1)$$

#### Keterangan:

- 6 adalah bobot ekuivalen untuk titer ( $1 \text{ mol } KIO_3 \Leftrightarrow 3 \text{ mol } I_2$ );
- $V_1$  adalah volume larutan kalium iodat, yang digunakan untuk penetapan titer (5 ml atau 10 ml);
- $V_2$  adalah volume total larutan kalium iodat, dalam mililiter (250 ml atau 500 ml);
- $V_3$  adalah volume 0,01 N larutan tiosulfat yang digunakan untuk penentuan, dalam mililiter;
- $m_{KIO_3}$  adalah bobot kalium iodat, dalam gram;
- $w_{KIO_3}$  adalah kemurnian kalium iodat, dalam g/100 g;
- $M_{KIO_3}$  adalah bobot molekul kalium iodat (214 g/mol);
- $c_{thio}$  adalah konsentrasi larutan standar natrium tiosulfat, dalam mol per liter (0,01 mol/l).

## 9.3 Penentuan bilangan peroksida

**9.3.1** Bilas dengan hati-hati labu Erlenmeyer (6.1) yang telah dibersihkan dengan mengalirkan nitrogen atau karbon dioksida. Timbang bahan-bahan berikut ke dalam labu dengan ketelitian 0,1 mg:

- a)  $5,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  contoh uji untuk bilangan peroksida yang diharapkan dari >1 hingga 30;
- b)  $10,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  contoh uji untuk bilangan peroksida yang diharapkan dari 0 hingga 1.

Bilas labu Erlenmeyer dengan larutan asam asetat glasial/isooktana (5.4) sebelum digunakan untuk memastikan labu tidak mengandung zat yang dapat mengoksidasi atau mereduksi.

**9.3.2** Larutkan contoh uji dalam 50 ml larutan asam asetat glasial/isooktana dengan cara diaduk perlahan.

Untuk lemak dengan titik leleh tinggi (lemak keras dan lemak hewani), tambahkan dengan hati-hati 20 ml isooktana (5.3) ke dalam lelehan lemak sambil diaduk perlahan, lalu segera tambahkan 30 ml asam asetat glasial (5.2). Jika diperlukan, hangatkan juga contoh uji dengan perlahan.

**9.3.3** Tambahkan 0,5 ml larutan kalium iodida jenuh (5.6). Tutup labu Erlenmeyer (6.1) dan homogenkan dengan pengaduk magnetik (6.7) tanpa menimbulkan pusaran besar, atau secara manual tanpa aerasi selama tepat 60 detik (gunakan pengatur waktu yang akurat hingga  $\pm 1$  detik).

**9.3.4** Buka labu Erlenmeyer (6.1), segera tambahkan 100 ml air bebas mineral, bilas bagian bawah tutup gelas, tutup dan goyangkan secara memutar.

**9.3.5** Segera titrasi *iodium* yang dibebaskan dengan larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N (5.8) dari kuning jingga menjadi kuning pucat dan, setelah penambahan 0,5 ml larutan pati (5.9), dari violet menjadi tidak berwarna. Hentikan titrasi segera setelah larutan tidak berwarna selama 30 detik.

**CATATAN 1** Fasa yang dititrasi adalah fasa yang lebih rendah. Terdapat penundaan 15 detik hingga 30 detik dalam perubahan warna dengan larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N (5.8).

**CATATAN 2** Dalam hal bilangan peroksida di bawah 1, larutan pati dapat ditambahkan pada awal titrasi.

**9.3.6** Pada uji blanko paralel, larutan tiosulfat 0,01 N yang diperlukan harus tidak melebihi 0,1 ml. Jika melebihi 0,1 ml, ganti larutan kalium iodida jenuh karena sudah tidak dapat digunakan.

## 10 Perhitungan dan pernyataan hasil

Hitung bilangan peroksida (umumnya dikenal di industri sebagai “BP”), dalam miliekuivalen (meq) oksigen aktif per kilogram, menggunakan Rumus (2):

$$\frac{(V - V_0) \cdot c_{\text{thio}} \cdot F \cdot 1.000}{m} \quad (2)$$

**Keterangan:**

$V$  adalah volume larutan natrium tiosulfat yang digunakan untuk penentuan, dalam mililiter;

$V_0$  adalah volume larutan standar natrium tiosulfat untuk uji blanko, dalam mililiter;

$c_{\text{thio}}$  adalah konsentrasi larutan natrium tiosulfat, dalam mol per liter;

$m$  adalah bobot porsi uji, dalam gram;

$F$  adalah faktor dari 0,01 N larutan natrium tiosulfat, ditetapkan sesuai 9.2.

Hasil penentuan harus dinyatakan hingga satu angka di belakang koma.

## 11 Presisi metode

### 11.1 Uji antar laboratorium

Rincian dari uji antar laboratorium mengenai presisi metode dirangkum dalam Lampiran A. Nilai yang diperoleh dari uji antar laboratorium ini mungkin tidak berlaku untuk rentang konsentrasi dan matriks selain yang diberikan.

### 11.2 *Repeatability*

Perbedaan absolut antara dua hasil uji tunggal independen, diperoleh dengan menggunakan metode yang sama pada bahan uji yang identik di laboratorium yang sama, oleh operator yang sama, dengan menggunakan peralatan yang sama dalam interval waktu singkat, hasilnya tidak boleh berbeda lebih dari 5% dari batas  $r$  yang diberikan pada Tabel A.1 dan Tabel A.2.

### 11.3 *Reproducibility*

Perbedaan absolut antara dua hasil uji tunggal, yang diperoleh dengan menggunakan metode yang sama pada bahan uji yang identik di laboratorium yang berbeda dengan operator yang berbeda yang menggunakan peralatan yang berbeda, hasilnya tidak boleh lebih dari 5% dari batas  $R$  yang diberikan pada Tabel A.1 dan Tabel A.2.

## 12 Laporan hasil uji

Laporan hasil uji harus mencantumkan hal berikut:

- a) semua informasi yang diperlukan untuk identifikasi contoh secara menyeluruh;
- b) metode pengambilan contoh yang digunakan, jika diketahui;
- c) metode uji yang digunakan, beserta referensi ke Standar ini, yaitu SNI ISO 3960;
- d) semua detail proses yang tidak ditentukan dalam Standar ini, atau dianggap sebagai opsional, serta rincian dari kejadian apapun yang mungkin dapat memengaruhi hasil;
- e) hasil uji yang diperoleh atau, jika *repeatability* telah diperiksa, hasil akhir yang diperoleh;
- f) pengambilan contoh yang lebih sedikit oleh personel yang melakukan analisis.

Karena bobot contoh memengaruhi hasil, hal ini harus dilaporkan bersama dengan hasilnya.

**Lampiran A**  
 (informatif)  
**Hasil uji antar laboratorium**

Uji kolaboratif internasional yang melibatkan 23 laboratorium di sembilan negara dilakukan terhadap contoh berikut.

- |   |   |
|---|---|
| A: <i>Refined sunflower/rape-seed oil (1:1)</i>                                 | G: <i>Tallow</i>                        |
| B: <i>Olive oil</i> (campuran dari <i>refined</i> dan <i>virgin olive oil</i> ) | H: <i>Lard</i>                          |
| C: <i>Extra virgin olive oil</i>  | I: <i>Palm oil</i>                      |
| D: <i>Extra virgin olive oil</i>  | J: <i>Palm stearin</i>                  |
| E: <i>Rape-seed oil, aged</i>   | K: Minyak kelapa ( <i>coconut oil</i> ) |
| F: <i>Lampante olive oil</i>  |   |

Uji ini dilaksanakan oleh Deutsches Institut für Normung (DIN) pada tahun 2004/2005. Dilakukan analisis statistik terhadap hasil yang diperoleh sesuai dengan ISO 5725-1 dan ISO 5725-2 untuk menghasilkan data yang presisi pada Tabel A.1.

**Tabel A.1 — Uji pada minyak yang berbentuk cair pada suhu ruang**

	Contoh					
	A	B	C	D	E	F
Jumlah laboratorium yang berpartisipasi	23	23	21	23	23	23
Jumlah laboratorium yang berpartisipasi setelah menghilangkan data <i>outlier</i>	21	21	18	22	23	22
Jumlah hasil uji dari laboratorium yang tersisa	42	42	36	44	46	44
Rata-rata nilai, meq/kg	1,63	3,21	8,34	12,04	19,02	26,92
<i>Repeatability</i> standar deviasi, $s_r$ , meq/kg	0,10	0,08	0,25	0,26	0,36	0,33
<i>Repeatability</i> standar deviasi relatif, %	6,0	2,6	3,0	2,2	1,9	1,2
Batas <i>repeatability</i> , $r$ (= $2,8 s_r$ ), meq/kg	0,27	0,23	0,69	0,73	1,01	0,92
<i>Reproducibility</i> standar deviasi, $s_R$ , meq/kg	0,22	0,46	0,80	1,07	1,71	3,06
<i>Reproducibility</i> standar deviasi relatif, %	13,3	14,2	9,6	8,9	9,0	11,4
Batas <i>reproducibility</i> , $R$ (= $2,8 s_R$ ), meq/kg	0,61	1,28	2,25	3,00	4,78	8,57

**Tabel A.2 — Uji pada lemak yang berbentuk padat pada suhu ruang**

	Contoh					
	G	H	I	J	K (5 g)	K (10 g)
Jumlah laboratorium yang berpartisipasi	16	16	16	16	16	16
Jumlah laboratorium setelah menghilangkan data <i>outliers</i>	15	15	14	12	13	11
Jumlah hasil uji dari laboratorium yang tersisa	30	30	28	24	26	22
Rata-rata nilai, meq/kg	1,60	3,67	2,99	4,77	0,55	0,71
<i>Repeatability</i> standar deviasi, $s_r$ , meq/kg	0,07	0,09	0,08	0,17	0,06	0,04
<i>Repeatability</i> standar deviasi relatif, %	4,6	2,3	2,7	3,66	11,4	6,0
Batas <i>repeatability</i> , $r$ ( $= 2,8 s_r$ ), meq/kg	0,20	0,24	0,22	0,49	0,17	0,12
<i>Reproducibility</i> standar deviasi, $s_R$ , meq/kg	0,45	0,48	0,44	0,27	0,19	0,25
<i>Reproducibility</i> standar deviasi relatif, %	28,0	13,0	14,7	5,6	34,7	34,8
Batas <i>reproducibility</i> , $R$ ( $= 2,8 s_R$ ), meq/kg	1,25	1,33	1,23	0,75	0,53	0,69

## Introduction

Over a period of many years, various methods have been developed for the determination of peroxides in fats and oils. The general principle of most of the methods is the liberation of iodine from potassium iodide in an acid medium. The method according to Wheeler was standardized more than 50 years ago by different standardization bodies, and it is widely used to control commodities by producers, receivers and official laboratories. In national and international food legislation (including the Codex Alimentarius), acceptable limits for the peroxide values are often specified. Due to anomalies in the reproducibility of the results, it was noticed that there are slight differences between the standardized methods. A very important point is the dependence of the result on the amount of sample used for the determination. As the determination of the peroxide value (PV) is a highly empirical procedure, ISO/TC 34/SC 11 has decided to fix the sample mass at 5 g for PV greater than 1, and at 10 g for PV less than or equal to 1, and to limit the applicability of this method to animal and vegetable fats and oils with peroxide values from 0 meq to 30 meq of active oxygen per kilogram. The user of this document should be aware that the results obtained can be slightly lower than with previous standards.

## **Animal and vegetable fats and oils — Determination of peroxide value — Iodometric (visual) endpoint determination**

### **1 Scope**

This document specifies a method for the iodometric determination of the peroxide value of animal and vegetable fats and oils with a visual endpoint detection. The peroxide value is a measure of the amount of oxygen chemically bound to an oil or fat as peroxides, particularly hydroperoxides.

The method is applicable to all animal and vegetable fats and oils, fatty acids and their mixtures with peroxide values from 0 meq to 30 meq (milliequivalents) of active oxygen per kilogram. It is also applicable to margarines and fat spreads with varying water content. The method is not suitable for milk fats and is not applicable to lecithins.

It is to be noted that the peroxide value is a dynamic parameter, whose value is dependent upon the history of the sample. Furthermore, the determination of the peroxide value is a highly empirical procedure and the value obtained depends on the sample mass. It is stressed that, due to the prescribed sample mass, the peroxide values obtained can be slightly lower than those obtained with a lower sample mass.

Milk and milk products (or fat coming from milk and milk products) are excluded from the scope of this document.

NOTE 1 A preferred method for the iodometric determination of the peroxide value for milk fats is specified in ISO 3976.

NOTE 2 A method for the potentiometric determination of the peroxide value is given in ISO 27107.

### **2 Normative references**

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 661, *Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample*

### **3 Terms and definitions**

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <https://www.iso.org/obp/>

#### **3.1**

### **peroxide value**

**PV**

quantity of those substances in the sample, expressed in terms of active oxygen, that oxidize potassium iodide under the conditions specified in this document

Note 1 to entry: The peroxide value is usually expressed in milliequivalents (meq) of active oxygen per kilogram of oil, but it may also be expressed (in SI units) as millimoles (mmol) of active oxygen per kilogram of oil. The value expressed in millimoles of active oxygen per kilogram is half of that expressed in milliequivalents of active oxygen per kilogram. Multiplication of the peroxide value (meq of active oxygen per kilogram) by the equivalent mass of oxygen (equalling 8) gives the milligrams of active oxygen per kilogram of oil.

## **4 Principle**

The test sample is dissolved in isoctane and glacial acetic acid, and potassium iodide is added. The iodine liberated by the peroxides is determined iodometrically (visually) with a starch indicator and a sodium thiosulfate standard solution. The endpoint of the titration is determined iodometrically (visually).

## **5 Reagents**

**WARNING — Attention is drawn to the national regulations that specify the handling of hazardous substances and users' obligations thereunder. Technical, organizational and personal safety measures shall be followed.**

Use only reagents of recognized analytical grade, unless otherwise specified. All reagents shall be free of dissolved oxygen.

**5.1 Water**, demineralized, boiled and cooled down to 20 °C.

**5.2 Glacial acetic acid**, mass fraction of 100 %; degassed in an ultrasonic bath under vacuum or by purging with a current of pure and dry inert gas (carbon dioxide or nitrogen).

**5.3 Isooctane**, degassed in an ultrasonic bath under vacuum or by purging with a current of pure and dry inert gas (carbon dioxide or nitrogen).

**5.4 Glacial acetic acid/isooctane solution**, prepared by mixing 60 ml of glacial acetic acid and 40 ml of isoctane (volume fraction of glacial acetic acid:  $\varphi = 60 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ , and volume fraction of isoctane:  $\varphi = 40 \text{ ml}/100 \text{ ml}$ ).

The mixture is degassed in an ultrasonic bath under vacuum or by purging with a current of pure and dry inert gas (carbon dioxide or nitrogen).

**5.5 Potassium iodide**, free from iodine and iodates.

**5.6 Saturated potassium iodide solution**, mass concentration  $\rho(\text{KI}) = 175 \text{ g}/100 \text{ ml}$ .

Dissolve approximately 14 g of potassium iodide in approximately 8 g of freshly boiled water at room temperature. Make sure the solution remains saturated (undissolved crystals). Store in the dark and prepare freshly every day. Test the solution as follows: add two drops of starch solution to 0,5 ml of the potassium iodide in 30 ml of the glacial acetic acid/isooctane solution (5.4). If a blue colour is formed and if more than one drop of sodium thiosulfate standard solution (5.7) is needed to remove it, discard the potassium iodide solution.

**5.7 0,1 N sodium thiosulfate standard solution,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .**

Use only freshly boiled water for the preparation of this solution, possibly purged with nitrogen. This solution can be used for one month and is stored in an amber-stained bottle.

**5.8 0,01 N sodium thiosulfate standard solution,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  (see 9.2).**

It is necessary to prepare this solution freshly from the 0,1 mol/l sodium thiosulfate standard solution before use or to determine the titre daily. As experience shows, the stability is limited and depends upon the pH value and the content of free carbon dioxide. Use only freshly boiled water for the dilution, possibly purged with nitrogen.

**5.9 Starch solution**, mass concentration  $\rho = 1 \text{ g}/100 \text{ ml}$ . Mix 0,5 g of starch and a small amount of cold water. Add this mixture, while stirring, to 50 ml of boiling water, boil it for a few seconds and cool immediately.

The solution shall be freshly prepared every day.

It is recommended to use potato starch for iodometry as this starch gives a darker blue colour. Equivalent reagents may also be used.

**5.10 Potassium iodate ( $\text{KIO}_3$ ) volumetric standard**, secondary reference material, traceable to the National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD, USA.**5.11 Hydrochloric acid,  $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$ .**

## 6 Apparatus

Usual laboratory apparatus and, in particular, the following.

**6.1 Erlenmeyer flask**, of 250 ml capacity, with ground neck and ground glass stopper.**6.2 Burette**, of 10 ml or 25 ml capacity, graduated in at least 0,05 ml, preferably with automatic zero adjustment (pellet titrators).**6.3 Manual or automatic dosing unit**, of 20 ml capacity, with a resolution of at least 10  $\mu\text{l}$  and an accuracy of  $\pm 0,15 \%$  (e.g. a piston burette).**6.4 Pipettes**, of 0,5 ml, 1 ml, 10 ml and 100 ml capacity (or automatic pipettes).**6.5 Measuring cylinders**, of 50 ml and 100 ml capacity.**6.6 Analytical balance**, readable to 0,000 1 g.**6.7 Magnetic stirrer**, with magnetic stirring rod (of 2,5 cm) and heating plate.**6.8 Volumetric flask**, of 1 000 ml capacity.**6.9 Volumetric flask**, of 250 ml capacity.**6.10 Volumetric flask**, of 500 ml capacity.**6.11 Microwave oven.**

A microwave oven may be used to melt solid samples in an easy and quick manner. Careful and proper use of a microwave oven will not lead to any increase in the peroxide value. The suitable conditions shall be tested in advance.

## 7 Sampling

A representative sample should have been sent to the laboratory. It should not have been damaged or changed during transport or storage.

Sampling is not part of the method specified in this document. A recommended sampling method is given in ISO 5555.

## 8 Preparation of test sample

Prepare the test sample in accordance with ISO 661.

The test sample for the determination of peroxide value shall be taken first and the peroxide value shall be determined immediately.

Homogenize the sample, preferably without heating and without aeration. Avoid direct solar radiation. Heat solid samples carefully to 10 °C above their melting point. Samples with visible impurities shall be filtered; the filtration shall be noted in the test report.

For some products, the amount of extracted fat/oil can be lower than 5 g, or the peroxide value of the fat/oil can be over 30 meq of active oxygen per kilogram. In these cases, the user should choose a smaller sample mass [see Clause 12 f].

## 9 Procedure

### 9.1 General

Carry out all steps in diffuse daylight or in artificial light. Avoid direct exposure to sunlight. Observe that all vessels are free from oxidizing or reducing compounds.

Store the sodium thiosulfate standard solutions in amber-stained bottles.

### 9.2 Preparation and titre determination of the 0,01 N sodium thiosulfate standard solution

#### 9.2.1 Preparation of the 0,01 N sodium thiosulfate standard solution

By means of a pipette (6.4), transfer 100 ml of the 0,1 N sodium thiosulfate standard solution (5.7) to a volumetric flask of 1 000 ml capacity (6.8). Dilute to the mark with freshly boiled water (5.1). After homogenization, transfer the obtained 0,01 N sodium thiosulfate standard solution to an amber-stained bottle.

Prepare daily the 0,01 N sodium thiosulfate standard solution freshly from the 0,1 N sodium thiosulfate standard solution before use, or determine the titre. As experience shows, the stability is limited and depends upon the pH value and the content of free carbon dioxide. Use only freshly boiled water for the dilution, possibly purged with nitrogen.

### 9.2.2 Determination of the titre of the 0,01 N sodium thiosulfate standard solution (factor determination)

Weigh, to the nearest 0,001 g, 0,27 g to 0,33 g of potassium iodate ( $\text{KIO}_3$ ) into a volumetric flask (250 ml or 500 ml) (6.9 or 6.10) and dilute to the mark with freshly boiled water (5.1), cooled down to room temperature.

By means of a pipette (6.4), transfer 5 ml or 10 ml of this potassium iodate solution into a 250 ml Erlenmeyer flask (6.1). Add 60 ml of freshly boiled water, 5 ml of 4 mol/l hydrochloric acid and 25 mg to 50 mg of potassium iodide (5.5) or 0,5 ml of the saturated potassium iodide solution (5.6).

Titrate this solution using the iodometric (visual) method to determine the factor of the 0,01 N sodium thiosulfate standard solution (see 9.2.1).

Calculate the factor,  $F$ , of the 0,01 N sodium thiosulfate solution using Formula (1):

$$F = \frac{m_{\text{KIO}_3} \cdot V_1 \cdot 6 \cdot 1000 \cdot w_{\text{KIO}_3}}{M_{\text{KIO}_3} \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot c_{\text{thio}} \cdot 100} \quad (1)$$

where

- 6 is the equivalent mass for the titre (1 mol  $\text{KIO}_3 \Leftrightarrow 3$  mol  $\text{I}_2$ );
- $V_1$  is the volume of the potassium iodate solution, used for the titre determination (5 ml or 10 ml);
- $V_2$  is the total volume of potassium iodate solution, in millilitres (250 ml or 500 ml);
- $V_3$  is the volume of 0,01 N thiosulfate solution used for the determination, in millilitres;
- $m_{\text{KIO}_3}$  is the mass of potassium iodate, in grams;
- $w_{\text{KIO}_3}$  is the purity of potassium iodate, in g/100 g;
- $M_{\text{KIO}_3}$  is the molecular mass of potassium iodate (214 g/mol);
- $c_{\text{thio}}$  is the concentration of the sodium thiosulfate standard solution, in moles per litre (0,01 mol/l).

### 9.3 Determination of peroxide value

**9.3.1** Rinse the carefully cleaned Erlenmeyer flask (6.1) with nitrogen or carbon dioxide. Weigh the following into the flask, to the nearest 0,1 mg:

- 5,0 g ± 0,1 g of test sample for expected peroxide values from >1 to 30;
- 10,0 g ± 0,1 g of test sample for expected peroxide values from 0 to 1.

Rinse the Erlenmeyer flask with the glacial acetic acid/isooctane solution (5.4) prior to use to ensure that the flask does not contain any oxidizing or reducing substances.

**9.3.2** Dissolve the test sample in 50 ml of the glacial acetic acid/isooctane solution by gentle swirling.

In the case of fats with high melting points (hard fats and animal fats), carefully add to the melted fat 20 ml of isooctane (5.3) by gentle swirling, and then immediately add 30 ml of glacial acetic acid (5.2). Also warm the test sample gently, where necessary.

**9.3.3** Add 0,5 ml of the saturated potassium iodide solution (5.6). Close the Erlenmeyer flask (6.1) and mix with a magnetic stirrer (6.7) without creating a large vortex, or manually without aeration for exactly 60 s (use a timer accurate to  $\pm 1$  s).

**9.3.4** Open the Erlenmeyer flask (6.1), immediately add 100 ml of demineralized water, rinse the ground glass stopper and swirl.

**9.3.5** Immediately titrate the liberated iodine with the 0,01 N sodium thiosulfate standard solution (5.8) from yellow orange to pale yellow and, after addition of 0,5 ml of starch solution (5.9), from violet to colourless. Stop the titration as soon as the solution is colourless for 30 s.

NOTE 1 The phase being titrated is the lower one. There is a delay of 15 s to 30 s in the change of colour with the 0,01 N sodium thiosulfate standard solution (5.8).

NOTE 2 In the case of peroxide values below 1, the starch solution can be added at the beginning of the titration.

**9.3.6** In a parallel blank test, not more than 0,1 ml of the 0,01 N thiosulfate solution shall be used. If the blank test is higher, then replace the saturated potassium iodide solution as it could be unsuitable.

## 10 Calculation and expression of results

Calculate the peroxide value (commonly known in the industry as "PV"), in milliequivalents (meq) of active oxygen per kilogram, using Formula (2):

$$\frac{(V - V_0) \cdot c_{\text{thio}} \cdot F \cdot 1\,000}{m} \quad (2)$$

where

- $V$  is the volume of sodium thiosulfate solution used for the determination, in millilitres;
- $V_0$  is the volume of the sodium thiosulfate standard solution used for the blank test, in millilitres;
- $c_{\text{thio}}$  is the concentration of the sodium thiosulfate solution, in moles per litre;
- $m$  is the mass of the test portion, in grams;
- $F$  is the factor of the 0,01 N sodium thiosulfate solution, determined according to 9.2.

The result of the determination shall be reported to one decimal place.

## 11 Precision of the method

### 11.1 Interlaboratory test

Details of an interlaboratory test on the precision of the method are summarized in Annex A. The values derived from this interlaboratory test may not be applicable to concentration ranges and matrices other than those given.

## 11.2 Repeatability

The absolute difference between two independent single test results, obtained with this same method on identical test material in the same laboratory by the same operator using the same equipment within a short interval of time, will, in not more than 5 % of cases, exceed the values of  $r$  given in Tables A.1 and A.2.

## 11.3 Reproducibility

The absolute difference between two single test results, obtained with this same method on identical test material in different laboratories by different operators using different equipment, will, in not more than 5 % of cases, exceed the values of  $R$  given in Tables A.1 and A.2.

## 12 Test report

The test report shall specify the following:

- a) all information necessary for the complete identification of the sample;
- b) the sampling method used, if known;
- c) the test method used, with reference to this document, i.e. ISO 3960;
- d) all operating details not specified in this document or regarded as optional, together with details of any incidents that may have influenced the test result(s);
- e) the test result(s) obtained or, if the repeatability has been checked, the final quoted result obtained;
- f) whether or not the user has chosen a smaller sample mass.

As the sample mass influences the result, this shall be reported together with the result.

**Annex A**  
 (informative)  
**Results of an interlaboratory tests**

An international collaborative test involving 23 laboratories in nine countries was carried out on the following samples.

- |  |                 |
|--|-----------------|
| A: Refined sunflower/rape-seed oil (1:1)               | G: Tallow       |
| B: Olive oil (mixture of refined and virgin olive oil) | H: Lard         |
| C: Extra virgin olive oil                              | I: Palm oil     |
| D: Extra virgin olive oil                              | J: Palm stearin |
| E: Rape-seed oil, aged                                 | K: Coconut oil  |
| F: Lampante olive oil                                  |                 |

The test was organized by the Deutsches Institut für Normung (DIN) in 2004/2005. The results obtained were subjected to statistical analysis in accordance with ISO 5725-1 and ISO 5725-2 to give the precision data shown in Table A.1.

**Table A.1 — Test on oils that are liquid at room temperature**

	Sample					
	A	B	C	D	E	F
Number of laboratories participating	23	23	21	23	23	23
Number of laboratories after eliminating outliers	21	21	18	22	23	22
Number of test results from remaining laboratories	42	42	36	44	46	44
Mean value, meq/kg	1,63	3,21	8,34	12,04	19,02	26,92
Repeatability standard deviation, $s_r$ , meq/kg	0,10	0,08	0,25	0,26	0,36	0,33
Repeatability relative standard deviation, %	6,0	2,6	3,0	2,2	1,9	1,2
Repeatability limit, $r$ (= 2,8 $s_r$ ), meq/kg	0,27	0,23	0,69	0,73	1,01	0,92
Reproducibility standard deviation, $s_R$ , meq/kg	0,22	0,46	0,80	1,07	1,71	3,06
Reproducibility relative standard deviation, %	13,3	14,2	9,6	8,9	9,0	11,4
Reproducibility limit, $R$ (= 2,8 $s_R$ ), meq/kg	0,61	1,28	2,25	3,00	4,78	8,57

**Table A.2 — Test on fats that are solid at room temperature**

	Sample					
	G	H	I	J	K (5 g)	K (10 g)
Number of laboratories participating	16	16	16	16	16	16
Number of laboratories after eliminating outliers	15	15	14	12	13	11
Number of test results from remaining laboratories	30	30	28	24	26	22
Mean value, meq/kg	1,60	3,67	2,99	4,77	0,55	0,71
Repeatability standard deviation, $s_r$ , meq/kg	0,07	0,09	0,08	0,17	0,06	0,04
Repeatability relative standard deviation, %	4,6	2,3	2,7	3,66	11,4	6,0
Repeatability limit, $r$ (= 2,8 $s_r$ ), meq/kg	0,20	0,24	0,22	0,49	0,17	0,12
Reproducibility standard deviation, $s_R$ , meq/kg	0,45	0,48	0,44	0,27	0,19	0,25
Reproducibility relative standard deviation, %	28,0	13,0	14,7	5,6	34,7	34,8
Reproducibility limit, $R$ (= 2,8 $s_R$ ), meq/kg	1,25	1,33	1,23	0,75	0,53	0,69

## Bibliografi

- [1] ISO 3976, *Milk fat — Determination of peroxide value*
- [2] ISO 5555, *Animal and vegetable fats and oils — Sampling*
- [3] ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*
- [4] ISO 5725-2, *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 end-point determination*

## **Informasi perumus SNI**

### **[1] Komite Teknis Perumusan SNI**

Komite Teknis 19-06 Metode Pengujian Kimia Pangan

### **[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis Perumusan SNI**

Ketua	Rahmana Emran Kartasasmita
Sekretaris	Widita Kasih Pramita
Anggota	Romsyah Maryam
	Tati Kusmiati
	Hanifah N. Lioe
	Cita Tri Aryuni
	Dias Kusuma Utari
	Syanti Asviatuti
	Fitriah
	Slamet Andriyanto
	Sri Priatni
	Heryani
	Titin Mahardini
	Supriyanto

### **[3] Konseptor Rancangan SNI**

Gugus kerja sekretariat Komite Teknis 19-06 Metode Pengujian Kimia Pangan

### **[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis Perumusan SNI**

Direktorat Pengembangan Standar Agro, Kimia, Kesehatan, dan Penilaian Kesesuaian  
Deputi Bidang Pengembangan Standar  
Badan Standardisasi Nasional