ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53099— 2009 (ИСО 6885:2006)

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение анизидинового числа

ISO 6885:2006
Animal and vegetable fats and oils — Determination of anisidine value (MOD)

Издание официальное

БЗ 8—2009/370

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила изменения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ОАО «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе аутентичного перевода международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 декабря 2008 г. № 506-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 6885:2006 «Жиры и масла животные и растительные. Определение анизидинового числа» (ISO 6885:2006 «Animal and vegetable fats and oils — Determination of anisidine value»). При этом уточнено наименование стандарта, дополнительные слова, фразы, абзацы, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом.

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок, приведены в дополнительном приложении В

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 *Сущность метода* 2
5 Реактивы 2
6 *Средства измерения и оборудование* 2
7 Отбор проб 2
8 Подготовка пробы для испытания 3
9 *Проведение испытания* 3
10 Обработка результатов 4
11 Прецизионность 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания 5
Приложение В (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение анизидинового числа

Animal and vegetable fats and oils.
Determination of anisidine value

Дата введения — 2010 — 01 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения анизидинового числа в животных и растительных жирах и маслах, которое характеризует содержание в них альдегидов (в основном, ненасыщенных альдегидов).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ Р 52062—2003 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ Р ИСО 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия
ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия
ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4453—74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия
ГОСТ 5644—75 Сульфит натрия безводный. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 12433—83 Изооктаны эталонные. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 29169—91(ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **анизидиновое число:** Стократное увеличение оптической плотности испытуемого раствора, измеренной на длине волны 350 нм в 10-мм кювете, в результате реакции с параанизидином в условиях испытания, установленных в настоящем стандарте.

Примечание — Анизидиновое число является безразмерной величиной и рассчитывается исходя из 1 г испытуемой пробы в 100 $см^3$ смеси растворителя и реактива.

Издание официальное

4 *Сущность метода*

Метод основан на измерении оптической плотности анализируемого раствора после реакции с уксуснокислым раствором параанизидина. Измерение проводят при длине волны 350 нм.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты (не ниже х. ч.) и воду по *ГОСТ Р ИСО 52501*.

Сульфат натрия (Na_2SO_3), безводный *по ГОСТ 4166*.

Изооктан (2,2,4-триметилпентан), имеющий оптическую плотность не более 0,01 относительно воды в диапазоне длин волн от 300 до 380 нм *по ГОСТ 12433*.

4-Метоксианилин (л-анизидин), безводные кристаллы кремового цвета.

Сульфит натрия (Na_2SO_3) *по ГОСТ 5644*.

5.1 Подготовка к проведению измерения

5.1.1 Подготовка анизидинового реактива

Не должно наблюдаться окрашивания реактива в серый или розовый цвет. Если это имеет место, очищают параанизидин следующим образом.

В стакане по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см³ растворяют 4 г л-анизидина в 100 *см³* воды по *ГОСТ Р ИСО 52501* при температуре 75 °С. Добавляют 0,5 г сульфита натрия (Na_2SO_3) *по ГОСТ 5644* и 2 г древесного угля *по ГОСТ 4453*.

Перемешивают в течение 5 мин и фильтруют через бумажный фильтр *по ГОСТ 12026* средней удерживающей способности для получения прозрачного раствора.

Фильтрат охлаждают до температуры 0 °С и *выдерживают* при этой температуре *не менее* 4 ч. *Затем* отфильтровывают кристаллы, предпочтительно *под вакуумом*, и промывают небольшим количеством *дистиллированной* воды, охлажденной до температуры 0 °С — 4 °С. Сушат в вакуумном эксикаторе *по ГОСТ 25336*, содержащем безводный хлористый кальций по *ГОСТ 450 или другой* эффективный осушитель.

Примечание — Параанизидин токсичен, следует соблюдать осторожность, чтобы избегать контакта с кожей.

Хранят параанизидин в темной склянке при температуре от 0 °С до 4 °С в темноте.

В день *проведения испытания* готовят минимальное количество реактива, необходимого для анализа, ввиду его токсичности и ограниченного срока действия.

Для приготовления 50 *см³* реактива в мерной колбе *по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см³* растворяют 0,125 г параанизидина в ледяной уксусной кислоте *по ГОСТ 61, с содержанием воды не более 0,1 %* (*массовая доля*) и доводят до метки тем же самым растворителем, избегая сильного светового воздействия.

Перед использованием проверяют оптическую плотность *реактива* относительно изооктана и не допускают к применению реактив, если разница превышает 0,2. В любом случае отбрасывают оставшийся реактив на следующий день после использования.

6 *Средства измерения и оборудование*

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

Спектрометр *(спектофотометр)* двух- или однолучевой, пригодный для работы на длине волны 350 нм, кюветами с длиной оптического пути 10 мм.

При использовании двухлучевого спектрометра рекомендуется использовать *одновременно* две 10-мм кюветы.

Мерные колбы вместимостью 25 *см³ по ГОСТ 1770*.

Пробирки вместимостью 10 *см³*, снабженные притертыми стеклянными пробками *по ГОСТ 25336*.

Пипетки вместимостью 1 и 5 *см³*, снабженные безопасным устройством для отсасывания *по ГОСТ 29169*.

7 Отбор проб

Отбор проб — по [1] и ГОСТ Р 52062.

В лабораторию следует поставлять представительную пробу, которая не должна подвергаться порче или изменению во время транспортирования или хранения.

8 Подготовка пробы для испытания

Если содержание влаги в пробе превышает 0,10 % (массовая доля), ее следует высушить, используя следующую процедуру.

Добавляют сульфат натрия (см. раздел 5) в соотношении от 1 до 2 г на 10 г тщательно перемешанной пробы при температуре, превышающей не более чем на 10 °С ее точку плавления, в случае твердого жира. Тщательно перемешивают и фильтруют, поддерживая температуру, чтобы предотвратить застывание.

Соблюдают осторожность, чтобы исключить излишнюю влагу во время этой процедуры, так как она может повлиять на равновесную реакцию, во время которой образуется вода.

9 Проведение испытания

9.1 Проба для анализа и приготовление испытуемого раствора

Взвешивают с точностью до 1 мг достаточное количество подготовленной пробы для испытания (см. раздел 8) непосредственно в мерной колбе вместимостью 25 *см*^{3}. Предварительно нагревают твердые пробы до температуры, превышающей не более чем на 10 °С их точку плавления. Растворяют пробу в 10 *см*^{3} изооктана и доводят до метки тем же растворителем.

Размер пробы для анализа зависит от качества пробы и характеристик используемого спектрометра, ее следует выбирать так, чтобы избежать показаний, близких к верхнему и нижнему концам шкалы. Обычно используется от 0,4 до 4,0 г пробы.

9.2 Испытуемый раствор A_0, не вступивший в реакцию

Переносят с помощью пипетки 5 *см*^{3} испытуемого раствора в пробирку. Добавляют 1 *см*^{3} ледяной уксусной кислоты, закрывают пробирку пробкой и хорошо встряхивают. Выдерживают пробирку в темноте при температуре (23 ± 3) °С в течение 8 мин.

В течение последующих 2 мин переносят растворы в чистую сухую кювету спектрометра. После истечения полного времени реакции (10 ± 1) мин следуют методике, указанной в 9.5.

9.3 Испытуемый раствор A_1, вступивший в реакцию

Переносят с помощью пипетки 5 *см*^{3} испытуемого раствора в пробирку. Добавляют с помощью пипетки 1 *см*^{3} анизидинового реактива. Закрывают пробирку пробкой и хорошо встряхивают. Выдерживают пробирку в темноте при температуре (23 ± 3) °С в течение 8 мин.

В течение последующих 2 мин переносят растворы в чистую сухую кювету спектрометра. После истечения полного времени реакции (10 ± 1) мин от момента добавления анизидинового реактива следуют методике, указанной в 9.5.

9.4 Контрольный опыт

Переносят с помощью пипетки вместимостью 5 *см*^{3} изооктана ГОСТ 12433 в пробирку. Добавляют с помощью пипетки по 1 *см*^{3} анизидинового реактива. Закрывают пробирку пробкой и хорошо встряхивают. Выдерживают пробирку в темноте при температуре (23 ± 3) °С в течение 8 мин.

В течение последующих 2 мин переносят растворы в чистую сухую кювету спектрометра. После истечения полного времени реакции (10 ± 1) мин от момента добавления анизидинового реактива следуют методике, указанной в 9.5.

9.5 Спектрометрическое измерение

Настраивают спектрометр на нулевое поглощение по изооктану (см. раздел 5) на длине волны 350 нм. Измеряют оптические плотности следующих растворов относительно изооктана:

A_1 — раствора, вступившего в реакцию (см. 9.3),

A_0 — испытуемого раствора, не вступившего в реакцию (см. 9.2),

A_2 — раствора контрольного опыта (см. 9.4).

9.6 Диапазон оптической плотности

Если измеренная оптическая плотность раствора A_1, вступившего в реакцию (см. 9.3), не лежит в диапазоне от 0,2 до 0,8, то повторяют определение по 9.2 — 9.4, изменяя количество анализируемой пробы для испытания.

Если измеренная оптическая плотность A_2 раствора контрольного опыта превышает 0,2, заново готовят свежий анизидиновый реактив, как указано в 5.1.1. Повторяют испытание со свежим анизидиновым реактивом.

10 Обработка результатов

10.1 Анизидиновое число пробы *AV* вычисляют по формуле

$$AV = \frac{100\,QV\,1{,}2(A_2 - A_0 - A_1)}{m}, \quad (1)$$

где Q — содержание пробы в измеренном растворе, на основе которого выражается анизидиновое число, г/см^3 (Q = 0,01 г/см^3);

V — объем, в котором растворяют пробу для испытания, см^3 (= 25 см^3);

1,2 — поправочный коэффициент на разбавление испытуемого раствора 1 см^3 реактива или ледяной уксусной кислоты;

A_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта (см. 9.4);

A_0 — оптическая плотность испытуемого раствора, не вступившего в реакцию (см. 9.2);

A_1 — оптическая плотность раствора, вступившего в реакцию (см. 9.3);

m — масса пробы для анализа, г.

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

10.2 При оценке окислительной порчи масла может быть полезным общее число окисления (*TV*). Рассчитывают его следующим образом [с использованием пероксидного числа (*PV*), выраженного в мэкв 0_2/кг]:

$$TV = 2\,PV + AV. \quad (2)$$

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты двух межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода приведены в приложении А.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значение *r,* приведенное в таблице 1.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в двух разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать значение *R,* приведенное в таблице 1.

Таблица 1

Анизидиновое число	Диапазон вариации	*r*	*R*
AV (среднее двух определений)	0 — 100	0,034 *AV* — 0,31	0,19 *AV* — 1,41

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Последнее межлабораторное испытание, проведенное на международном уровне ITERG (Франция) в 2004 г. с участием 18 лабораторий (из девяти стран: Аргентина, Канада, Франция, Германия, Венгрия, Нидерланды, Португалия, Соединенное Королевство, США), каждая из которых выполняла по два определения на каждую пробу, дало статистические результаты по [2], приведенные в таблице А.1.

Таблица А.1

Проба	Соевое масло	Нерафинированное масло канола	Ореховое масло	Рыбий жир (1)	Рыбий жир (2)	Жир домашней птицы	Обезвоженный молочный жир	Использованное масло для жарения
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	16	17	17	16	17	15	14	16
Среднее значение	3,46	0,95	6,86	25,46	31,54	4,59	0,33	96,80
Среднеквадратическое отклонение повторяемости s_r	0,09	0,08	0,17	0,31	0,72	0,28	0,07	1,22
Коэффициент вариации повторяемости, %	2,6	8,2	2,5	1,2	2,3	6,0	19,9	1,3
Предел повторяемости r	0,25	0,22	0,48	0,86	2,02	0,78	0,19	3,43
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_H	0,27	0,39	0,52	1,75	3,79	1,80	0,17	6,74
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	7,9	41,4	7,6	6,9	12,0	39,3	49,5	7,0
Предел воспроизводимости R	0,77	1,10	1,46	4,89	10,61	5,05	0,46	18,86

Приложение В
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок

Таблица В.1

Обозначение ссылочного национального стандарта Российской Федерации	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта и условное обозначение степени его соответствия ссылочному национальному стандарту
ГОСТ Р ИСО 52501—2005	ИСО 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия» (IDT)
ГОСТ Р 52062—2003	—
ГОСТ 61—75	—
ГОСТ 450—77	—
ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80)	ИСО 1042—83, ИСО 4788—80 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия» (IDT)
ГОСТ 4166—76	—
ГОСТ 4453—74	—
ГОСТ 5644—75	—
ГОСТ 12026—76	—
ГОСТ 12433—83	—
ГОСТ 25336—82	—
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77)	ИСО 648—77 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой» (IDT)
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.	

Библиография

[1] ИСО 5555—2001 *Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб*

[2] ИСО 5725-2—94 *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения*

УДК 636.087.07:006.354 Н59 ОКС 67.200.10

Ключевые слова: жиры и масла животные и растительные, анизидиновое число, анизидиновый реактив, метод, спектрометрическое измерение, оптическая плотность

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 12.11.2009. Подписано в печать 30.11.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 288 экз. Зак. 818.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru