
**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
анизидинового числа**

Animal and vegetable fats and oils — Determination of anisidine value

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6885:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45535621-7ff9-4bdd-a156-84cd9ac0ef98/iso-6885-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт ГОСТ Р
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 6885:2006(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6885:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45535621-7ff9-4bdd-a156-84cd9ac0ef98/iso-6885-2006>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране, запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 6885 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Жиры и масла животные и растительные*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 6885:1998), которое было подвергнуто техническому пересмотру путем изменения уравнения в Разделе 10.

Жиры и масла животные и растительные. Определение анизидинового числа

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения анизидинового числа в животных и растительных жирах и маслах. Оно является мерой количества присутствующих альдегидов (в основном, α,β -ненасыщенных альдегидов).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 661, Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания

ISO 3696, Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

3 Термины и определения

3.1

анизидиновое число
anisidine value

стократное увеличение оптической плотности испытуемого раствора, измеренной на длине волны 350 нм в 10-мм кювете, в результате реакции с *l*-анизидином в условиях испытания, установленных в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Анизидиновое число является безразмерной величиной и рассчитывается исходя из 1 г испытуемой пробы в 100 мл смеси растворителя и реактива.

4 Принцип

Испытуемый раствор готовят в изооктане (2,2,4-триметилпентане). Он реагирует с уксуснокислым раствором *l*-анизидина. Измеряют увеличение оптической плотности на длине волны 350 нм. Рассчитывают анизидиновое число.

5 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты и воду, соответствующую классу чистоты 3 согласно ISO 3696.

5.1 Сульфат натрия (Na_2SO_4), безводный.

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

5.3 4-Метоксианилин (*l*-анизидин), безводные кристаллы кремового цвета.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — *l*-Анизидин токсичен, следует соблюдать осторожность, чтобы избежать контакта с кожей.

Хранят *l*-анизидин в темной склянке при температуре от 0 °C до 4 °C в темноте.

Не должно наблюдаться окрашивания (серый или розовый цвет). Если это имеет место, очищают *l*-анизидин следующим образом.

Растворяют 4 г *l*-анизида в 100 мл воды при температуре 75 °C. Добавляют 0,5 г сульфита натрия (Na_2SO_3) и 2 г древесного угля. Перемешивают в течение 5 мин и фильтруют через бумажный фильтр средней удерживающей способности для получения прозрачного раствора. Охлаждают фильтрат до температуры 0 °C и оставляют при этой температуре, по меньшей мере, на 4 ч. Отфильтровывают кристаллы, предпочтительно в вакууме, и промывают небольшим количеством воды при температуре приблизительно 0 °C. Сушат в вакуумном эксикаторе, содержащем эффективный осушитель.

5.4 Ледяная уксусная кислота, с содержанием воды не более 0,1 % (массовая доля).

5.5 Анизидиновый реактив

в день использования готовят минимальное количество реактива, необходимого для анализа, ввиду его токсичности и ограниченного срока действия. Готовят, например, 50 мл реактива следующим образом.

Растворяют 0,125 г *l*-анизида (5.3) в ледяной уксусной кислоте (5.4) в мерной колбе вместимостью 50 мл и доводят до метки тем же самым растворителем, избегая сильного светового воздействия.

Проверяют перед использованием оптическую плотность относительно изооктана и отбрасывают реактив, если разница превышает 0,2. В любом случае отбрасывают оставшийся реактив на следующий день после использования.

6 Аппаратура

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

6.1 Спектрометр, двух- или однолучевой, пригодный для работы на длине волны 350 нм, снабженный кюветами с длиной оптического пути 10 мм.

При использовании двухлучевого спектрометра рекомендуется использовать пару равноценных 10 -мм кювет.

6.2 Мерные колбы, вместимостью 25 мл.

6.3 Пробирки, вместимостью 10 мл, снабженные притертыми стеклянными пробками.

6.4 Пипетки, вместимостью 1 мл и 5 мл, снабженные безопасным устройством для отсасывания.

7 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 5555.

8 Подготовка пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

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

Добавляют сульфат натрия (5.1) в соотношении от 1 г до 2 г на 10 г тщательно перемешанной пробы при температуре, превышающей не более чем на 10 °C 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 Методика

9.1 Проба для анализа и приготовление испытываемого раствора

Взвешивают с точностью до 1 мг достаточное количество подготовленной пробы для испытания (Раздел 8) непосредственно в мерной колбе вместимостью 25 мл. Предварительно нагревают твердые пробы до температуры, превышающей не более чем на 10 °C их точку плавления. Растворяют пробу в 5 - 10 мл изооктана (5.2) 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 г до 4,0 г пробы.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45535621-7ff9-4bdd-a156-84cd9ac0ef98/iso-6885:2006>

9.2 Испытуемый раствор, не вступивший в реакцию

Переносят с помощью пипетки (6.4) 5 мл испытываемого раствора (9.1) в пробирку (6.3). Добавляют 1 мл ледяной уксусной кислоты (5.4), закрывают пробирку пробкой и хорошо встряхивают. Выдерживают пробирку в темноте при температуре (23 ± 3) °C в течение 8 мин.

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

9.3 Испытуемый раствор, вступивший в реакцию

Переносят с помощью пипетки (6.4) 5 мл испытываемого раствора (9.1) в пробирку (6.3). Добавляют с помощью пипетки (6.4) 1 мл анизидинового реактива (5.5). Закрывают пробирку пробкой и хорошо встряхивают. Выдерживают пробирку в темноте при температуре (23 ± 3) °C в течение 8 мин.

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

9.4 Контрольный опыт

Переносят с помощью пипетки (6.4) 5 мл изооктана (5.2) в пробирку (6.3). Добавляют с помощью пипетки (6.4) 1 мл анизидинового реактива (5.5). Закрывают пробирку пробкой и хорошо встряхивают. Выдерживают пробирку в темноте при температуре (23 ± 3) °C в течение 8 мин.

В течение последующих 2 мин переносят растворы в чистую сухую кювету спектрометра. После истечения полного времени реакции $10 \text{ мин} \pm 1 \text{ мин}$ от момента добавления анизидинового реактива следуют методике, указанной в 9.5.

9.5 Спектрометрическое измерение

Настраивают спектрометр на нулевое поглощение по изооктану(5.2) на длине волны 350 нм.

Измеряют оптические плотности следующих растворов относительно изооктана (5.2):

- A_1 раствора, вступившего в реакцию (9.3),
- A_0 испытуемого раствора, не вступившего в реакцию (9.2), и
- A_2 раствора контрольного опыта (9.4).

9.6 Диапазон оптической плотности

Если измеренная оптическая плотность A_1 раствора, вступившего в реакцию (9.3), не лежит в диапазоне от 0,2 до 0,8, повторяют определение (9.2 до 9.4) с скорректированным количеством пробы для испытания.

Если измеренная оптическая плотность A_2 раствора контрольного опыта превышает 0,2, очищают анизидиновый реактив, как указано в 5.3, и готовят свежий анизидиновый реактив (5.5). Повторяют это испытание со свежим анизидиновым реактивом.

10 Выражение результатов

10.1 Анизидиновое число (AV) пробы равно [ISO 6885:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45535621-7ff9-4bdd-a156-84cd9ac0ef98/iso-6885-2006)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45535621-7ff9-4bdd-a156-84cd9ac0ef98/iso-6885-2006>

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

где

- V объем, в котором растворяют пробу для испытания, в миллилитрах ($V = 25 \text{ мл}$);
- m масса пробы для анализа, в граммах;
- Q содержание пробы в измеренном растворе, на основе которого выражается анизидиновое число, в граммах на миллилитр ($Q = 0,01 \text{ г/мл}$);
- A_0 оптическая плотность испытуемого раствора, не вступившего в реакцию (9.2);
- A_1 оптическая плотность раствора, вступившего в реакцию (9.3);
- A_2 оптическая плотность раствора контрольного опыта (9.4);
- 1,2 поправочный коэффициент на разбавление испытуемого раствора 1 мл реактива или ледяной уксусной кислоты.

Записывают результат с точностью до 1 десятичного разряда.

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 O₂/кг]:

$$TV = (2 \times PV) + AV$$

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Подробности двух межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода суммируются в Приложении А. Значения, полученные на основании этих межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

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 — Предел повторяемости (*r*) и предел воспроизводимости (*R*)

Анизидиновое число	Диапазон вариации	<i>r</i>	<i>R</i>
AV (среднее двух определений)	0 до 100	0,034 AV + 0,31	0,19 AV + 1,41

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- метод испытания вместе со ссылкой на этот международный стандарт;
- все рабочие подробности, не указанные в этом международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результаты испытания;
- полученные результаты испытания;
- в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторного испытания

Последнее межлабораторное испытание, проведенное на международном уровне ITERG (Франция) в 2004 году с участием 18 лабораторий (из 9 стран: Аргентина, Канада, Франция, Германия, Венгрия, Нидерланды, Португалия, Соединенное Королевство, США), каждая из которых выполняла по 2 определения на каждую пробу, дало статистические результаты (определенные в соответствии с ISO 5725-2), приведенные в Таблице А.1.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторного испытания

Проба	Соевое масло	Нерафиниро ванное масло канола	Орехов ое масло	Рыбий жир	Рыбий жир	Жир домаш ней птицы	Обезво женны й молочн ый жир	Исполь зованн ое масло для жарени я
Количество 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
Среднее квадратическое 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 ($2,8 \times s_r$)	0,25	0,22	0,48	0,86	2,02	0,78	0,19	3,43
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, s_R	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 ($2,8 \times s_R$)	0,77	1,10	1,46	4,89	10,61	5,05	0,46	18,86