



中华人民共和国国家标准

GB/T 24304—2009/ISO 6885:2006

动植物油脂 茴香胺值的测定

Animal and vegetable fats and oils—Determination of anisidine value

(ISO 6885:2006, IDT)

2009-09-30 发布

2010-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准等同采用 ISO 6885:2006《动植物油脂 茴香胺值的测定》(英文版)。

为了便于使用,本标准对 ISO 6885:2006 进行了如下编辑性修改:

- 删除国际标准的前言;
- 将“本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替原文中作为小数点的逗号“,”;
- 对有关公式进行了编号。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家粮食局科学研究院、杭州市质量技术监督检测院、郑州远洋油脂工程技术有限公司、郑州良远科技股份有限公司。

本标准主要起草人:栾霞、薛雅琳、姜荷、王瑛瑶、胡杭萍、李普选、冯仁栋。

动植物油脂 茴香胺值的测定

1 范围

本标准规定了动植物油脂茴香胺值的测定方法。

本标准适用于动植物油脂中醛类(主要指 α,β -不饱和醛)含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5524 动植物油脂 扦样(GB/T 5524—2008,ISO 5555:2001,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备(GB/T 15687—2008,ISO 661:2003,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

茴香胺值 anisidine value

在规定实验条件下,*p*-茴香胺与试样反应,用10 mm比色皿于350 nm波长下测得的吸光度的增加值,扩大100倍后的数值。

注:茴香胺值没有单位,而是以1 g试样溶于100 mL溶剂和反应试剂的混合液中所测得的值为1个计量单位。

4 原理

试样用异辛烷(2,2,4-三甲基戊烷)溶解,与*p*-茴香胺的醋酸溶液反应,测定350 nm波长时增加的吸光度,计算茴香胺值。

5 试剂

除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯。实验用水应符合GB/T 6682中三级水要求。

5.1 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

5.2 异辛烷(2,2,4-三甲基戊烷):在300 nm到380 nm波长范围内,以水为参照测得的吸光度不超过0.01。

5.3 *p*-茴香胺(4-茴香醚):无水、无色结晶。

警告:*p*-茴香胺有毒,应避免与皮肤接触。

将*p*-茴香胺装入棕色瓶中,并在0℃~4℃下暗处储藏。所存物质应无色(灰色或粉色)。如出现变色现象,按下述方法对*p*-茴香胺进行精制。

将4 g *p*-茴香胺溶解于75℃、100 mL的蒸馏水中,加入0.5 g亚硫酸钠和2 g活性炭,搅拌5 min,并用中速滤纸过滤,得到清亮滤液。将滤液冷却到0℃,并在此温度下保持至少4 h。最好在真空状态下滤出结晶,并用少量0℃蒸馏水洗涤。在真空干燥器中干燥。

5.4 冰醋酸:水分含量的质量分数不大于0.1%。

5.5 茴香胺试剂:考虑到茴香胺的毒性和不稳定性,仅制备当天分析所需的最小试剂量。例如,可按下列方法准备 50 mL 试剂:准确称取 0.125 g *p*-茴香胺置于 50 mL 容量瓶中,并用冰醋酸稀释至刻度,避免强光直射。

使用之前,用异辛烷作空白对照检查吸光度。如果吸光度上升到 0.2 以上则该试剂不能使用。在任何情况下,试剂仅供当天使用。

6 仪器

实验室常规仪器,尤其是下列仪器。

6.1 分光光度计:适合在 350 nm 波长范围使用,带有 10 mm 比色皿。

使用双光束分光光度计时,建议使用一对匹配的 10 mm 比色皿。

6.2 容量瓶:25 mL。

6.3 具塞试管:10 mL。

6.4 移液管:1 mL 和 5 mL。

7 扦样

扦样不是本标准规定的内容,推荐采用 GB/T 5524。

实验室收到的样品应具有代表性,在运输或储存过程中未受损或变质。

8 试样的制备

按 GB/T 15687 制备试样。

如果试样水分含量的质量分数大于 0.1%,使用下列方法进行干燥。

按每 10 g 加 1 g~2 g 的比例加入无水硫酸钠,并充分混合样品。如果试样是固体脂肪,熔化温度应不高于熔点的 10 °C。充分搅拌并过滤,保持该温度以防止凝固。因为水的存在会影响反应平衡,故在试样制备中应去除高出 0.1% 的水分。

9 操作步骤

9.1 测试溶液的制备

称取适量的试样(第 8 章),精确到 1 mg,直接装入 25 mL 容量瓶中。预先加热固体试样至其熔点以上,但不超过熔点的 10 °C。用 5 mL~10 mL 的异辛烷(5.2)溶解,并用相同的溶剂稀释至刻度。

注:取样量由试样的性质和所用的分光光度计决定。取样量一般为 0.4 g~4 g,而不能使试样的吸光度在仪器读数的上限和下限。

9.2 未反应溶液的测定

用移液管(6.4)吸取 5 mL 测试溶液(9.1)于具塞试管(6.3)中,用移液管(6.4)加 1 mL 冰醋酸(5.4)溶液,盖上塞子并充分摇动。在 23 °C±3 °C 下放置暗处 8 min。

在 2 min 内将溶液转移到干净、干燥的分光光度计的比色皿中。从添加冰醋酸溶液计时,反应时间总计 10 min±1 min,随即按 9.5 测定吸光度。

9.3 反应溶液的测定

用移液管(6.4)吸取 5 mL 测试溶液(9.1)于具塞试管(6.3)中,用移液管(6.4)加 1 mL 茴香胺试剂(5.5),盖上塞子并充分摇动。在 23 °C±3 °C 下放置暗处 8 min。

在 2 min 内将溶液转移到干净、干燥的分光光度计的比色皿中。从添加茴香胺试剂计时,反应时间总计 10 min±1 min,随即按 9.5 测定吸光度。

9.4 空白溶液的测定

用移液管(6.4)吸取 5 mL 异辛烷(5.2)于具塞试管(6.3)中,用移液管(6.4)加 1 mL 茴香胺试剂

(5.5), 盖上塞子并充分摇动。在 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下放置暗处 8 min。

在 2 min 内将溶液转移到干净、干燥的分光光度计比色皿中。从添加茴香胺试剂计时, 反应时间总计 $10\text{ min} \pm 1\text{ min}$, 随即按 9.5 测定吸光度。

9.5 用分光光度计测定吸光度

用异辛烷(5.2)在 350 nm 处校正分光光度计零点。以异辛烷为对照, 测定下列溶液吸光度:

- A_1 : 反应溶液(9.3);
- A_0 : 未反应溶液(9.2);
- A_2 : 空白溶液(9.4)。

9.6 吸光度范围

如果测定反应溶液(9.3) A_1 的吸光度不在 0.2 至 0.8 之间, 需调整试样的取样量重新测定(9.2~9.4)。

如果测定空白溶液 A_2 的吸光度超过 0.2, 需精制 *p*-茴香胺, 制备新鲜的茴香胺试剂, 并用新鲜的茴香胺试剂重新测定。

10 结果表示

10.1 按式(1)计算茴香胺值(AV):

$$AV = \frac{100QV}{m} [1.2 \times (A_1 - A_2 - A_0)] \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——溶解试样的体积, 单位为毫升(mL), $V=25\text{ mL}$;

m ——样品的质量, 单位为克(g);

Q ——根据茴香胺值定义, Q 为测定溶液中样品浓度, 单位为克每毫升(g/mL), $Q=0.01\text{ g/mL}$;

A_0 ——未反应测试溶液吸光度(9.2);

A_1 ——反应溶液吸光度(9.3);

A_2 ——空白溶液吸光度(9.4);

1.2——用 1 mL 茴香胺试剂或冰醋酸溶液稀释测试溶液的校正因子。

结果保留一位小数。

10.2 总氧化值有助于评价一种油脂的氧化变质。按式(2)计算总氧化值(TV)。

$$TV = (4 \times PV) + AV \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

PV ——样品的过氧化值, 单位为毫摩尔每千克(mmol/kg);

AV ——样品的茴香胺值。

11 精密度

11.1 实验室间测试结果

附录 A 汇总了本方法精密度的实验室间测试情况。这些测试结果可能不适用于其他范围和测试对象。

11.2 重复性

在同一实验室, 由同一操作者使用相同设备, 按相同的测试方法, 并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 1 中所给的重复性限值(r)的情况不超过 5%。

11.3 再现性

在不同的实验室, 由不同的操作者使用不同的设备, 按相同的测试方法, 对同一被测对象相互独立

进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值大于表 1 中所给的再现性限值(R)的情况不超过 5%。

表 1 重复性限(r)和再现性限(R)

茴香胺值	变化范围	r	R
AV(两次测定平均值)	0 至 100	$0.034AV+0.31$	$0.19AV+1.41$

12 试验报告

试验报告应说明：

- 样品所有相关信息；
- 若已知采样方法，则注明；
- 本标准所引用的标准方法及文献；
- 本标准中没有具体说明的、或者选择的，以及所有可能影响结果的操作细节；
- 测试结果；
- 如果进行了重复性试验，提供最后所得结果。

附录 A
(资料性附录)
实验室间测试结果

法国 ITERG 在 2004 年完成了最近的国际水平的实验室间的测试比对,9 个国家(阿根廷、加拿大、法国、德国、匈牙利、荷兰、葡萄牙、英国、美国)18 个实验室参加这次测试,一个样品进行两次测定,统计结果(根据 ISO 5725-2 统计计算)参见表 A.1。

表 A.1 实验室间测试结果

试样	大豆油	毛菜油	胡桃油	鱼油	鱼油	家禽油脂	无水奶油	用过的煎炸油
剔除异常值后 实验室数量	16	17	17	16	17	15	14	16
平均值	3.46	0.95	6.86	25.46	31.54	4.59	0.33	96.80
重复性标准偏差, s_r	0.09	0.08	0.17	0.31	0.72	0.28	0.07	1.22
重复性变异系数/%	2.6	8.2	2.5	1.2	2.3	6.0	19.9	1.3
重复性限, r ($2.8 \times s_r$)	0.25	0.22	0.48	0.86	2.02	0.78	0.19	3.43
再现性标准偏差, s_R	0.27	0.39	0.52	1.75	3.79	1.80	0.17	6.74
再现性变异系数/%	7.9	41.4	7.6	6.9	12.0	39.3	49.5	7.0
再现性限, R ($2.8 \times s_R$)	0.77	1.10	1.46	4.89	10.61	5.05	0.46	18.86

参 考 文 献

- [1] ISO 5555. Animal and vegetable fats and oils—Sampling.
 - [2] ISO 5725-1. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions.
 - [3] 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.
 - [4] IUPAC 2.504. Determination of the *p*-anisidine value (*p*-A. V.).
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动 植 物 油 脂 茴 香 胺 值 的 测 定
GB/T 24304—2009/ISO 6885:2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

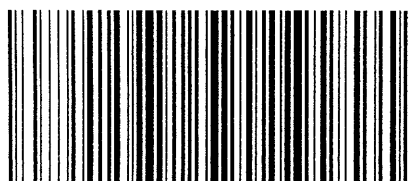
*

书号:155066·1-39171 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 24304-2009

打印日期:2010年2月10日