

---

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

## 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*

© Стандартиформ, 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 <i>Сущность метода</i> . . . . .  | 2 |
| 5 Реактивы . . . . .  | 2 |
| 6 <i>Средства измерения и оборудование</i> . . . . .  | 2 |
| 7 Отбор проб . . . . .  | 2 |
| 8 Подготовка пробы для испытания . . . . .  | 3 |
| 9 <i>Проведение испытания</i> . . . . .   | 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 |

## 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*

*П р и м е ч а н и е* — 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.

*П р и м е ч а н и е* — Анизидиновое число является безразмерной величиной и рассчитывается исходя из 1 г испытуемой пробы в 100 см<sup>3</sup> смеси растворителя и реактива.

---

## 4 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности анализируемого раствора после реакции с уксуснокислым раствором параанизида. 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 ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ), 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 ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) 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 см<sup>3</sup> растворяют 4 г л-анизида в 100 см<sup>3</sup> воды по ГОСТ Р ИСО 52501 при температуре 75 °С. Добавляют 0,5 г сульфита натрия ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) 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 избежать 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 см<sup>3</sup> реактива в мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см<sup>3</sup> растворяют 0,125 г параанизида 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 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Пробирки вместимостью 10 см<sup>3</sup>, снабженные притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>. Предварительно нагревают твердые пробы до температуры, превышающей не более чем на 10 °С их точку плавления. Растворяют пробу в 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> испытуемого раствора в пробирку. Добавляют 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> испытуемого раствора в пробирку. Добавляют с помощью пипетки 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> изооктана ГОСТ 12433 в пробирку. Добавляют с помощью пипетки по 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> ( $Q = 0,01$  г/см<sup>3</sup>);

$V$  — объем, в котором растворяют пробу для испытания, см<sup>3</sup> ( $= 25$  см<sup>3</sup>);

1,2 — поправочный коэффициент на разбавление испытуемого раствора 1 см<sup>3</sup> 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 экв  $O_2$ /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.

Т а б л и ц а 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<br>масло | Нерафи-<br>нирован-<br>ное масло<br>канола | Ореховое<br>масло | Рыбий<br>жир (1) | Рыбий<br>жир (2) | Жир<br>домашней<br>птицы | Обезво-<br>женный<br>молочный<br>жир | Исполь-<br>зованное<br>масло для<br>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» (ИДТ)   |
| 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» (ИДТ)            |
| 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» (ИДТ)   |
| <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:<br/>- ИДТ — идентичные стандарты.</p> |   |

**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*

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<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. 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.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)  
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6