



中华人民共和国国家标准

GB/T 24304—XXXX/ISO 6885: 2016

代替 GB/T 24304—2009

动植物油脂 茴香胺值的测定

Animal and vegetable fats and oils-Determination of anisidine value

(ISO 6885-2016-02, IDT)

(征求意见稿)

(本稿完成日期: 2020年12月24日)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
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: 2016《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: 2016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。

本标准代替GB/T 24304—2009《动植物油脂 茴香胺值的测定》。

本标准与GB/T 24304—2009相比的主要变化如下：

- 修改了适用范围；
- 修改了*p*-茴香胺颜色的描述；
- 修改了*p*-茴香胺试剂的精制要求；
- 修改了总氧化值计算公式；
- 删除了附录A中“无水奶油”的测试结果。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由国家粮食和物资储备局提出。

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：中储粮成都储藏研究院有限公司。

本标准起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 24304—2009

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。

本标准不适用于牛奶及牛奶制品（或来源于牛奶或牛奶制品的脂类）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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试样溶解于100 ml溶剂和反应试剂的混合液中测得的值为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，在 350 nm 波长下，测定增加的吸光度，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、乳白色结晶。

警告：*p*-茴香胺有毒，应避免与皮肤接触。

GB/T 24304—XXXX/ ISO 6885: 2016

将*p*-茴香胺储存于棕色瓶中，在0℃~4℃下暗处保存。*p*-茴香胺应为乳白色，若变为灰色或粉色，按如下方法精制。

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。将滤液冷却至0℃，保持至少4 h，结晶。过滤结晶，最好真空抽滤，用少量0℃蒸馏水冲洗结晶，将精制好的*p*-茴香胺结晶在真空干燥器中干燥。

5.4 冰乙酸：水分含量不大于0.1%。

5.5 茴香胺试剂：茴香胺具有毒性并且不稳定，仅配制当天分析所需的最小用量。例如，可按下列方法制备50 mL试剂：准确称取0.125 g *p*-茴香胺，用冰乙酸溶解，于50 mL容量瓶定容，避免强光直射。

使用前，用异辛烷作空白对照测量吸光度。如果吸光度在0.2以上，则该试剂不能使用。在任何情况下，配制的试剂仅供当天使用。

6 仪器

6.1 分光光度计：可在350 nm波长范围使用，带有10 mm比色皿。

使用双束分光光度计时，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，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。

如果试样的水分含量的质量分数大于0.10%，使用下列方法进行干燥。

因为水的存在会影响反应平衡，所以在试样制备时应去除水分。按每10 g样品加1 g~2 g的比例加入无水硫酸钠，充分混合。如果试样是固体脂肪，应先熔化，熔化温度应不高于熔点的10℃，加入无水硫酸钠后，充分搅拌并过滤，保持该温度以防止样品凝固。

9 操作步骤

9.1 测试溶液的制备

称取适量的试样（第8章），精确至1 mg，用5 mL~10 mL的异辛烷（5.2）溶解，于25 mL容量瓶定容。固体试样预先加热至其熔点以上，但不超过熔点10℃。

注：称样质量由试样的性质和使用的分光光度计决定，称样量约为0.4 g~4.0 g，试样溶液的吸光度不能超过分光光度计读数的上限和下限。

9.2 未反应溶液的测定

用移液管（6.4）移取5 mL测试溶液（9.1）于具塞试管（6.3）中，用移液管（6.4）加入1 mL冰乙酸（5.4）溶液，盖上塞子并充分摇动。在23 °C ± 3 °C下，于暗处放置8 min。

在2 min内将溶液转移至洁净、干燥的分光光度计的比色皿中。从加入冰乙酸溶液起计时，反应时间总计10 min ± 1 min，按9.5测定吸光度。

9.3 反应溶液的测定

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

在2 min内将溶液转移至洁净、干燥的分光光度计的比色皿中。从加入茴香胺试剂起计时，反应时间总计10 min ± 1 min，按9.5测定吸光度。

9.4 空白测试溶液的制备

用移液管（6.4）移取5 mL异辛烷（5.2）于具塞试管(6.3)中。用移液管（6.4）加入1 mL茴香胺试剂（5.5），盖上塞子并充分摇动。在23 °C ± 3 °C下，于暗处放置8 min。

在2 min内将溶液转移至干净、干燥的分光光度计比色皿中。从加入茴香胺试剂起计时，反应时间总计10 min ± 1 min，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：

- A₁：反应溶液(9.3)；
- A₀：未反应溶液(9.2)；
- A₂：空白溶液(9.4)。

9.6 吸光度范围

如果反应溶液（9.3）A₁ 的吸光度不在0.2至0.8之间，需调整试样的称样量重新测定（9.2~9.4）。

如果空白溶液A₂ 的吸光度超过0.2，需精制*p*-茴香胺，制备新配的茴香胺试剂，并用新配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）：

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

式中：

V——溶解试样的体积，单位为毫升（mL），V=25 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 g/mL；

A₀——未反应测试溶液吸光度（9.2）；

A₁——反应溶液吸光度（9.3）；

A₂——空白溶液吸光度（9.4）；

1.2——用1 mL 茴香胺试剂或冰乙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油脂的氧化变质。按式(2)计算总氧化值(TV)。

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

式中:

PV——样品的过氧化值,单位为毫克当量氧每千克(meq O₂/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	<i>r</i>	<i>R</i>
AV(两次测定平均值)	0~100	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	菜籽原油	胡桃油	鱼油	鱼油	家禽油脂	用过的煎炸油
剔除异常值后 实验室数量	16	17	17	16	17	15	16
平均值	3.46	0.95	6.86	25.46	31.54	4.59	96.80
重复性标准偏差, S_r	0.09	0.08	0.17	0.31	0.72	0.28	1.22
重复性变异系数/%	2.6	8.2	2.5	1.2	2.3	6.0	1.3
重复性限, r ($2.8 \times S_r$)	0.25	0.22	0.48	0.86	2.02	0.78	3.43
再现性标准偏差, S_R	0.27	0.39	0.52	1.75	3.79	1.80	6.74
再现性变异系数/%	7.9	41.4	7.6	6.9	12.0	39.3	7.0
再现性限, R ($2.8 \times S_R$)	0.77	1.10	1.46	4.89	10.61	5.05	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.)
-