



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱-۱۵۶

تجدیدنظر سوم

۱۳۹۴

INSO
156-1
3rd .Revision
2015

روغن ها و چربی های خوراکی -
روغن قنادی و آردی -
ویژگی ها و روش های آزمون

**Edible Oils & Fats - Bakery & Shortening -
Specifications and
Test methods**

ICS:67:200

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

"روغن ها و چربی های خوراکی - روغن قنادی و آردی - ویژگی ها و روش های آزمون"

(تجدید نظرسوم)

سمت و/یا محل اشتغال

دانشگاه آزاد اسلامی - واحد تهران شمال

رئیس:

بهمنی، منوچهر
(دکترای شیمی)

دبیر:

یوسف زاده فعال دقتی، هنگامه
(لیسانس مهندسی صنایع غذایی)

سازمان ملی استاندارد ایران -
دفتر نظارت بر استاندارد صنایع غذایی،
آرایشی، بهداشتی و حلال

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفباء)

اسماعیلی، مینا
(فوق لیسانس تغذیه)

انستیتو تحقیقات تغذیه ای صنایع غذایی کشور

اصلانی، نگین

(لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)

انجمن صنفی صنایع روغن نباتی ایران

پیراوی ونک، زهرا

(دکترای صنایع غذایی)

سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد -
پژوهشکده غذایی و کشاورزی
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی -
دفتر بهبود تغذیه جامعه

ترابی، پریسا

(پزشکی عمومی - مدیریت عالی بهداشت عمومی)

شرکت روغن نباتی پارس قو (سهامی خاص)

توانا، لیدا

(لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت گلپهار سپاهان - ناز اصفهان (سهامی خاص)

جامعی، سیدمحمد

(دکترای شیمی آلی)

شرکت کشت و صنعت گلبرگ بهاران (سهامی خاص)

جمالی، علی

(فوق لیسانس شیمی)

شرکت نوش آذر (سهامی خاص)

جواهریان، احسان

(فوق لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)

کارشناس روغن	حسینی، کاظم (فوق لیسانس مهندسی صنایع غذایی)
کانون انجمن صنایع غذایی ایران	خداداد، منا (لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)
انستیتو تحقیقات تغذیه ای صنایع غذایی کشور	خوش طینت، حمیرا (فوق لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - اداره کل نظارت و ارزیابی فراورده های خوراکی و آشامیدنی	رئوفی، هومن محمد (لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - اداره کل نظارت و ارزیابی فراورده های خوراکی و آشامیدنی	شایگان، وحیده (فوق لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - اداره کل بهبود تغذیه	صادقی، فرزانه (لیسانس تغذیه)
شرکت کشت و صنعت گلبرگ بهاران (سهامی خاص)	عامری، مجید (فوق لیسانس شیمی)
سازمان ملی استاندارد ایران - دفتر نظارت بر استاندارد صنایع غذایی، آرایشی، بهداشتی و حلال	عبادی، نفیسه (لیسانس مهندسی علوم و صنایع غذایی)
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - اداره کل آزمایشگاه های کنترل غذا و دارو	غفاری، فرحناز (فوق لیسانس علوم بهداشتی در تغذیه)
سازمان ملی استاندارد ایران	قاسم پور، غلامرضا (فوق لیسانس مدیریت)
شرکت بازرگانی نوین گسترمشکات (سهامی خاص)	قاسمی راد، رویا (فوق لیسانس مهندسی بیوتکنولوژی)
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - اداره کل نظارت و ارزیابی فراورده های خوراکی و آشامیدنی	کریمیان خسرو شاهی، نادر (فوق لیسانس صنایع غذایی)
شرکت پرتو دانه خزر (سهامی خاص)	کشمیری، محسن (فوق لیسانس مهندسی صنایع غذایی)
شرکت صافولا بهشهر (سهامی خاص)	کلانتری، فرانک (فوق لیسانس مهندسی شیمی)
شرکت پارس قو (سهامی عام)	محلای، حامد (لیسانس میکروبیولوژی)

فهرست مندرجات

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
ج	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ح	پیش گفتار
۱	۱ هدف
۱	۲ دامنه کاربرد
۱	۳ مراجع الزامی
۳	۴ اصطلاحات و تعاریف
۴	۵ مواد اولیه
۴	۵-۱ افزودنی ها
۶	۶ ویژگی ها
۸	۷ آلاینده ها
۸	۸ نمونه برداری
۸	۹ روش های آزمون
۱۰	۱۰ بسته بندی
۱۲	۱۱ نشانه گذاری
۱۴	۱۲ پیوست اطلاعاتی

پیش‌گفتار

استاندارد "روغن‌ها و چربی‌های خوراکی- روغن قنادی و آردی- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون" نخستین بار در سال ۱۳۵۶ تدوین و منتشر شد. براساس پیشنهاد‌های رسیده و بررسی و تایید کمیسیون‌های مربوط برای سومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک‌هزار و چهارصد و چهل و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده‌های کشاورزی مورخ ۹۴/۷/۱۲ تصویب شد. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران به شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدید نظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۵۶: سال ۱۳۹۲ می‌شود.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد به کاررفته به شرح زیر است:

Codex Stan 210 : Adopted 1999.Revisions 2001,2003,2009 Amendment 2005, 2011, Codex standard for named vegetable oils.

روغن ها و چربی های خوراکی - روغن قنادی و آردی - ویژگی ها و روش های آزمون

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین ویژگی های فیزیکی و شیمیایی و کیفی، آلاینده ها، نمونه برداری، روش های آزمون، بسته بندی و نشانه گذاری، انواع روغن خوراکی قنادی و آردی است.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد، برای انواع روغن قنادی و آردی مورد استفاده در صنایع غذایی و صنف، کاربرد دارد.

یادآوری ۱- انواع روغن قنادی و آردی برای سرخ کردن، ممنوع است.

یادآوری ۲- انواع روغن قنادی و آردی برای مصارف خانوار، ممنوع است.

یادآوری ۳- در صورتی که برای فرآورده ای (روغن خاصی) استاندارد ملی ایران خاصی (مشخصی) وجود دارد، باید به استاندارد ملی ایران مربوط مراجعه شود.

یادآوری ۴- این استاندارد برای تطبیق محصول نهایی از دید موازین استاندارد برای انواع مینارین کاربرد ندارد. برای آگاهی در زمینه مینارین باید به استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۵۰۰، مراجعه کرد.

یادآوری ۵- برای تهیه انواع روغن قنادی و آردی، استفاده از چربی حیوانی به جز چربی شیر، ممنوع است.

یادآوری ۶- استفاده از روغن تفاله زیتون و نارگیل در تولید این فرآورده ممنوع است.

یادآوری ۷- در صورت استفاده از انواع روغن پالم، باید از نوع پالایش نهایی شده باشد.

۳ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شود.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۳، روغن ها و چربی های خوراکی - نمونه برداری.

۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۹۴۹، امولسیفایرها و استابیلایزرهای مصرفی در مواد خوراکی.

- ۳-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۳۶۰۸، آنتی اکسیدان های مجاز خوراکی .
- ۳-۴ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۸، اندازه گیری فلزات مس ، آهن و نیکل در روغن ها و چربی های خوراکی به روش جذب اتمی کوره گرافیتی.
- ۳-۵ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۹ ، اندازه گیری سرب در روغن ها و چربی های خوراکی به روش جذب اتمی کوره گرافیتی.
- ۳-۶ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۰ ، روش تهیه متیل استرهای اسیدهای چرب در روغن ها و چربی های خوراکی.
- ۳-۷ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۱ ، تجزیه متیل استرهای اسیدهای چرب به روش گاز کروماتوگرافی.
- ۳-۸ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۵، روش اندازه گیری ناخالصی های نامحلول در روغن ها و چربی های خوراکی.
- ۳-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۷، اندازه گیری مواد غیر قابل صابونی توسط استخراج با هگزان - روش سریع .
- ۳-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۷۸، اندازه گیری اسیدیتته در روغن ها و چربی های خوراکی.
- ۳-۱۱ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۷۹، اندازه گیری عدد پر اکسید در روغن ها و چربی های خوراکی.
- ۳-۱۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۲۹۱، اندازه گیری رطوبت و مواد فرار در روغن ها و چربی های خوراکی.
- ۳-۱۳ استاندارد ملی ایران شماره ۴۸۸۷، اندازه گیری نقطه ذوب به روش لوله مؤئینه باز- روغن هاوچربی های خوراکی.
- ۳-۱۴ استاندارد ملی ایران شماره ۶۰۷۶، روغن ها و چربی های خوراکی- آرسنیک- جذب اتمی- روش آزمون.
- ۳-۱۵ استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۱۱، روغن ها و چربی های خوراکی- تعیین رسوب (لرد) در روغن ها و چربی های خام- روش جانب مرکز.
- ۳-۱۶ استاندارد ملی ایران ۱۰۵۰۱، روغن ها و چربی های گیاهی و حیوانی اندازه گیری عدد صابونی- روش آزمون.
- ۳-۱۷ استاندارد ملی ایران شماره ۶۴۱۵، روغن ها و چربی های حیوانی و گیاهی- تعیین بنزو (a) پیرن - روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا و فاز معکوس.

۱۸-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۵۷ روغن ها و چربی های گیاهی و حیوانی - اندازه گیری میزان مواد غیرقابل صابونی - روش استخراج با استفاده از دی اتیل اتر.

۱۹-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۳۷۳۴، روش اندازه گیری پایداری روغن ها و چربی های خوراکی در برابر اکسید شدن.

3-20 AOCS – Official method-ca-6c-6s –2009, Hydrocarbons (mineral oil).

3-21 FCC2009 ,General test and assay –GC method ,Determination of benzene.

3-22 AOCS Official Method Ce 6-86- Reapproved 2009- Antioxidants—Liquid Chromatographic Method.

۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاح و تعریف زیر به کار می رود :

۱-۴

انواع روغن قنادی و آردی

یک یا دو ویا چند نوع روغن گیاهی همگن و یکنواخت است، که برای بهبود مشخصات فیزیکی و شیمیایی لازم برای فرآورده های حاوی انواع روغن قنادی و آردی، (شامل: فرآورده های آردی(نانوایی)، قنادی و غیر حرارتی، تولید می شود. این نوع روغن شامل انواع:

Confectionery's fat.All-purpose shortening.Fluid shortenings .Cake shortening.Filler fat shortenings .Bread shortening.Pie crust shortening.Pastry shortening.Icing shortening

، می باشند.

۲-۴

فرآورده آردی

منظور از فرآورده آردی در این استاندارد، فرآورده هایی، مانند: کیک و بیسکویت است.

۳-۴

فرآورده قنادی

منظور از فرآورده قنادی در این استاندارد، فرآورده هایی، مانند: تافی است.

۴-۴

فرآورده غیرآردی

منظور از فرآورده غیرآردی در این استاندارد، فرآورده هایی، مانند: پاستیل است.

۵-۴

فرآورده غیر حرارتی

منظور از فرآورده غیر حرارتی در این استاندارد، فرآورده هایی، مانند: پرکننده^۱، به جز پرکننده شیرینی خامه ای است.

۵ مواداولیه

۱-۵

روغن

ویژگی های روغن گیاهی مورد مصرف برای تهیه این فرآورده، باید با استانداردهای ملی ایران مربوط، مطابقت داشته باشد.

۵-۱-۱ برای تهیه انواع روغن قنادی و آردی، استفاده از چربی حیوانی به جز چربی شیر، ممنوع است.

۵-۱-۲ استفاده از روغن تفاله زیتون و نارگیل در تولید این فرآورده ممنوع است.

۵-۱-۳ در صورت استفاده از انواع روغن پالم، باید از نوع پالایش نهایی شده باشد.

۲-۵

افزودنی های خوراکی مجاز

استفاده از افزودنی های زیر به فرآورده مجاز است.

یادآوری - حد مجاز افزودنی های خوراکی در پیوست اطلاعاتی الف است. پیوست اطلاعاتی الف، صرفاً جهت راهنمایی تولید کنندگان انواع روغن قنادی و آردی، است.

۵-۲-۱ طعم دهنده ها

افزودن هر نوع مواد طعم دهنده به انواع روغن قنادی و آردی، ممنوع است.

۵-۲-۲ آنتی اکسیدان ها

آنتی اکسیدان

نوع آنتی اکسیدان های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی، باید مطابق با جدول ۱ باشد.

1-Filler fat

جدول ۱- فهرست آنتی اکسیدان های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی

ردیف	نام آنتی اکسیدان
۱	توکوفرول (آلفا و دلتا) ^۱
۲	کنسانتره مخلوط توکوفرول ^۲ (307b)
۳	توکوفرول ^۳ (307a,307c)
۴	استرهای آسکوربیل ^۴
۵	پروپیل گالات (PG) ^۵
۶	تر شری هیدروکونین ^۶ بوتیل (TBHQ)
۷	بوتیلات هیدروکسی آنیزول (BHA) ^۷
۸	بوتیلات هیدروکسی تولوئن (BHT) ^۸
۹	تمام ترکیبات پروپیل گالات ، BHA ، BHT و یا TBHQ
۱۰	سیترات های ایزو پروپیل ^۹
۱۱	تترا استیک اسید اتیلن دی آمین ^{۱۰}
۱۲	تیودی پروپیونات ها ^{۱۱}
1-Tocopherol , d-alpha 2-Tocopherol concentrate, mixed 3-Tocopherol, dl-alpha 4-Ascorbyl esters 5-Propyl gallate 6-Tertiary butylhydroquinone 7-Butylated hydroxy anisole 8-Butylated hydroxy toluene 9-Isopropyl citrates 10-Ethylenediaminetetraacetic acid 11-Thiodipropionates	

۳-۲-۵

امولسیون کننده

فهرست امولسیون کننده های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی ، باید مطابق با جدول ۲ باشد .

جدول ۲- فهرست امولسیون کننده های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی

ردیف	نام امولسیفایر
۱	پلی سوربات ها ^۱ (به تنهایی یا در ترکیب)
۲	دی استیل تارتاریک اسید و استرهای اسید چرب گلیسرول ^۲
۳	استرهای سوکروز اسید چرب ^۳
۴	سوکرو گلیسرید ها ^۴
۵	استرهای پلی گلیسرل اسید های چرب ^۵
۶	استرهای پلی گلیسرول ریسینولیک اسید اینتر استری شده ^۶
۷	استرهای پروپیلن گلایکول اسید های چرب ^۷
۸	ترکیبی از روغن دانه سویای حرارت دیده و دی گلیسرید های اسید های چرب ^۸
۹	لاکتیلات های -۲- استئاریول ^۹
۱۰	سیترات استئاریل ^۱ (برحسب چربی یا روغن) ^{۱۰}
۱۱	استرهای سوربیتان اسید های چرب ^{۱۱} (در ترکیب یا به تنهایی)
۱۲	مونو گلیسرید ^{۱۲}
۱۳	دی گلیسرید ^{۱۳}
۱۴	لسیتین ^{۱۴}
1-Polysorbates 2-Diacetyltartaric and fatty acid esters of glycerol 3-Sucrose esters of fatty acids 4-Sucroglycerides 5-Polyglycerol esters of fatty acids 6-Polyglycerol esters of interesterified ricinoleic acid 7-Propylene glycol esters of fatty acid 8-Thermally oxidized soya bean oil interacted with mono- and diglycerides of fatty acids 9-Stearoyl-2-lactylates 10-Stearyl citrate 11-Sorbitan esters of fatty acids 12-Monoglycerides 13-Diglycerides 14-Lecithin	

۶ ویژگی‌ها

۱-۶ ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی

ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی انواع روغن قنادی و آردی باید مطابق با جدول ۳ باشد.

جدول ۳- ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی انواع روغن قنادی و آردی

ردیف	نام ویژگی‌ها	حدقابل قبول	روش آزمون مطابق با استاندارد ملی ایران شماره
۱	مزه و بو	عاری از هر گونه بو و مزه تند و غیر طبیعی	-
۲	بافت	دارای بافت همگن و یکنواخت	-
۳	پراکسید (میلی اکی والان اکسیژن / کیلوگرم روغن)	در زمان تولید	بیشینه ۱
		برای واردات در زمان ورود کالا	بیشینه ۲
		حدقابلیت مصرف	بیشینه ۵
۴	آهن (ppm)	بیشینه ۱/۵	۴۰۸۸
۵	مس (ppm)	بیشینه ۰/۱	
۶	نیکل (ppm)	بیشینه ۱	
۷	اسید چرب اشباع (درصد وزنی)	بیشینه ۶۵	۴۰۹۱-۴۰۹۰
۸	اسید چرب ترانس (درصد وزنی)	بیشینه ۵	
۹	اسید لوریک (درصد وزنی)	بیشینه ۰/۷	
۱۰	اسیدهای چرب آزاد (برحسب اسید پالمیتیک) (درصد وزنی)	بیشینه ۰/۱	۴۱۷۸
۱۱	رطوبت و مواد فرآر در دمای 2 ± 103 درجه سلسیوس (درصد وزنی)	بیشینه ۰/۱	۴۲۹۱
۱۲	ناخالصی نامحلول (درصد وزنی)	بیشینه ۰/۰۵	۴۰۹۵
۱۳	مقاومت (رنسیمت در دمای ۱۱۰ درجه سلسیوس)	فرآورده آردی	کمینه ۳۰
		فرآورده قنادی	کمینه ۲۵
<p>یادآوری ۱- در جدول ۱ در ردیف ۱۳، مقاومت‌های اعلام شده بر اساس TBHQ به میزان (ppm) ۷۵ و آسکوربیل پالمیتات به میزان (ppm) ۲۰۰، می باشد.</p> <p>یادآوری ۲- اندازه گیری مقاومت برای فرآورده های غیرآردی و غیرحرارتی مورد نیاز نمی باشد.</p> <p>یادآوری ۳- میزان مقاومت حاصل از دستگاه Rancimat , OSI تقریباً برابر بوده و برای محاسبه AOM عدد حاصل از رنسیمت را در ۲/۳۲ ضرب می کنیم. (جریان هوا ۲۰ لیتر بر ساعت)</p>			

۷ آلاینده ها

۷-۱ حد مجاز آلاینده ها در انواع روغن قنادی و آردی، باید مطابق با جدول ۴ باشد.

جدول ۴- حد مجاز آلاینده ها در انواع روغن قنادی و آردی

ردیف	نوع آلاینده	حد مجاز	روش آزمون مطابق با استاندارد ملی ایران شماره
۱	سرب (ppm)	بیشینه ۰/۱	۴۰۸۹
۲	ارسنیک (ppm)	بیشینه ۰/۱	۶۰۷۶
۳	بنزو آلفا پیرن ^۱ (میکروگرم / کیلوگرم)	بیشینه ۲	۶۴۱۵
۴	روغن معدنی	پایین تر از حد تشخیص آزمون	AOCS –official method –ca6c-6s-1990 Hydro carbons (mineral oil)

یادآوری مهم ۱- از آن جایی که اندازه گیری هیدروکربن های آروماتیک چند حلقه ای^۲ در تعیین آلودگی در انواع روغن قنادی و آردی لازم می باشد، بنابراین، انجام این آزمون عندالزوم از سوی مراجع قانونی و ذی صلاح کشور^۳ انجام می شود.

یادآوری مهم ۲- در صورت تشخیص و لزوم از سوی مراجع قانونی و ذی صلاح کشور، در این صورت انجام اندازه گیری بنزو آلفاپیرن برای هر واحد تولیدی در کشور به تعداد دو بار در یک سال و برای واردات هر بار از سوی نهادهای قانونی و ذی صلاح^۳ انجام می گیرد.

یادآوری ۳- تجهیز آزمایشگاه های واحد های تولیدی برای اندازه گیری بنزو آلفاپیرن، به منظور تعیین میزان آلودگی در انواع روغن قنادی و آردی، ضرورت ندارد.

1-Benzo [a] Pyrene (BaP)
2-Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs)

۳- مراجع قانونی و ذی صلاح کشور، در حال حاضر وزارت بهداشت درمان و آموزش پزشکی، سازمان غذا و دارو، سازمان ملی استاندارد ایران می باشد.

۸ نمونه برداری

نمونه برداری از فرآورده، باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۳، انجام شود.

یادآوری- در مورد انواع روغن قنادی و آردی، به دلیل ماهیت آنها، نمونه برداری باید به گونه ای انجام شود، که نمونه بیان گر کل محموله، باشد.

۹ روش های آزمون

۹-۱ آزمون مس، آهن و نیکل باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۸، اندازه گیری فلزات مس، آهن و نیکل در روغن ها و چربی های خوراکی به روش جذب اتمی کوره گرافیتی، انجام گیرد.

- ۲-۹ آزمون سرب باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۹ ، اندازه گیری سرب در روغن ها و چربی های خوراکی به روش جذب اتمی کوره گرافیتی، انجام گیرد.
- ۳-۹ متیل استر باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۰ ، روش تهیه متیل استرهای اسیدهای چرب در روغن ها و چربی های خوراکی، تهیه شود.
- ۴-۹ آزمون متیل استر باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۱ ، تجزیه متیل استرهای اسیدهای چرب به روش گاز کروماتوگرافی، انجام گیرد.
- ۵-۹ آزمون ناخالصی نامحلول باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۵ ، روش اندازه گیری ناخالصی های نامحلول در روغن ها و چربی های خوراکی، انجام گیرد.
- ۶-۹ آزمون مواد غیر قابل صابونی باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۹۷ ، اندازه گیری مواد غیر قابل صابونی توسط استخراج با هگزان - روش سریع، انجام گیرد.
- ۷-۹ آزمون مواد غیر قابل صابونی (روش مرجع) باید مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۵۷، روغن ها و چربی های گیاهی و حیوانی - اندازه گیری میزان مواد غیرقابل صابونی - روش استخراج با استفاده از دی اتیل اتر، انجام گیرد.
- ۸-۹ آزمون اسید چرب آزاد باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۷۸ ، اندازه گیری اسیدیته در روغن ها و چربی های خوراکی، انجام گیرد.
- ۹-۹ آزمون عدد پراکسید باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۷۹ ، اندازه گیری عدد پراکسید در روغن ها و چربی های خوراکی ، انجام گیرد.
- ۱۰-۹ آزمون رطوبت باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۲۹۱ ، اندازه گیری رطوبت و مواد فرار در روغن ها و چربی های خوراکی، انجام گیرد.
- ۱۱-۹ آزمون آرسنیک باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۶۰۷۶ ، روغن ها و چربی های خوراکی- آرسنیک- جذب اتمی- روش آزمون ، انجام گیرد.
- ۱۲-۹ آزمون عدد صابونی باید مطابق با استاندارد ملی ایران ۱۰۵۰۱، روغن ها و چربی های گیاهی و حیوانی اندازه گیری عدد صابونی - روش آزمون ، انجام گیرد.

۹-۱۳ آزمون تعیین بنزو (a) پیرن باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۶۴۱۵، روغن ها و چربی های حیوانی و گیاهی- تعیین بنزو (a) پیرن - روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا و فاز معکوس، انجام گیرد.

۹-۱۴ آزمون روغن های معدنی تا تدوین استاندارد ملی ایران مربوط باید مطابق با AOCS - Official method -ca-6c-6s -1990، انجام گیرد.

۹-۱۵ آزمون اندازه گیری بنزن تا تدوین استاندارد ملی ایران مربوط باید مطابق با FCC1996, General, test and assay، انجام گیرد.

۹-۱۶ تا تدوین استاندارد روش آزمون اندازه گیری TBHQ باید مطابق AOCS ce-86 انجام شود. (پیوست اطلاعاتی)

۱۰ بسته بندی

انواع روغن قنادی و آردی، در ظروف محکم و غیرقابل نفوذ باید به نحوی بسته بندی شود که پیش از رسیدن به دست مصرف کننده امکان دخل و تصرف در آن وجود نداشته باشد.

یادآوری ۱- بسته بندی در کارتن و نایلون، مشروط به این است که، پوشش داخلی مناسب مانند: پلی اتیلن با دانسیته پایین، کاغذ مومی با پوشش مناسب مطابق با استاندارد ملی ایران مربوط، داشته باشد.

یادآوری ۲- در صورت استفاده از سایر بسته بندی هایی که استاندارد ملی ایران برای آن ها تدوین نشده است، بسته بندی آن ها باید دارای مجوز از وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی باشد.

یادآوری ۳- قبل از در بندی اصلی باید روی محصول با یک پوشش مناسب غذایی، به طور کامل پوشانده شود.

یادآوری ۴- چنان چه در بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی از ظروف فلزی استفاده می شود باید دارای لاک مخصوص غذایی باشد.

۱-۱۰ جنس ظروف بسته بندی

جنس بسته بندی نباید اثر نامطلوب روی روغن داشته باشد و بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی، باید با مشخصات زیر مطابقت داشته باشد:

یادآوری- جنس ظروف باید از نوع درجه غذایی^۱ باشد.

۱-۱-۱۰ ظروف فلزی

ویژگی ظروف فلزی برای بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی، باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۸۱: سال ۱۳۸۱، "ظروف فلزی غیر قابل نفوذ جهت نگهداری مواد غذایی -ویژگی ها" باشد .

۱-۱-۲ ظروف پلی مری

۱-۲-۱-۱۰ ویژگی های ظروف پلی اتیلن ترفتالات برای بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی ، باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۶۱۰ ، "بسته بندی بطری های پلی اتیلن ترفتالات (PET) برای بسته بندی فرآورده های غذایی - ویژگی ها و روش های آزمون" ، باشد.

۱-۲-۱-۱۰ ویژگی های ظروف چندلایه با لایه آلومینیوم برای بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی ، ، باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۶۰۲۱ ، "بسته های چند لایه مقوایی با لایه آلومینیوم برای مواد خوراکی - ویژگی ها و روش های آزمون" ، باشد.

۱-۲-۱-۱۰ برای بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی ، استفاده از ظروف پلی اتیلن با دانسیته بالا^۱ ، پلی پروپیلن^۲ ، مجاز است.

۱-۲-۱-۱۰ برای بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی ، استفاده از ظروف PVC ممنوع می باشد.

۳-۱-۱۰ ظروف شیشه ای

ویژگی های ظروف شیشه ای برای بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی ، باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۰۹ ، " ظروف شیشه ای مخصوص بسته بندی مواد غذایی و آشامیدنی - ویژگی ها و روشهای آزمون" ، باشد.

۴-۱-۱۰ کاغذ مومی

۱-۴-۱-۱۰ ویژگی کاغذ مومی باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۶۱ ، "کاغذ موم دار برای بسته بندی - ویژگی ها و روش های آزمون" ، باشد

۱-۴-۱-۱۰ ویژگی مقوای مومی باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۸۵۱۳ ، "بسته بندی - مقوای مومی مورد استفاده برای بسته بندی بستنی و فرآورده های قنادی یخ زده - ویژگی ها و روش های آزمون" ، باشد .

یادآوری ۱- استفاده از کارتن مقوایی ضخیم و مقاوم به عنوان بسته بندی ثانویه، مشروط به این است که، دارای بسته بندی اولیه با کاغذ پارشمینه یا کاغذ موم دار نفوذ ناپذیر به چربی، مطابق با استاندارد ملی ایران مربوط، باشد.

یادآوری ۲ - در صورت استفاده از ظروف پلی مری بزرگ، باید در پوشش اولیه مناسب (کاغذ مومی یا پلی اتیلن مجاز) از نوع درجه غذایی^۳ ، پر شود تا با ظروف پلی مری بزرگ در تماس نباشد.

۲-۱۰ اوزان

وزن خالص هر بسته باید از ۱۰ کیلوگرم الی ۲۵ کیلوگرم باشد.

1-High density poly ethylene

2-Poly propylene

3-Food Grade

یادآوری - در صورت استفاده از ظروف پلی مری بزرگ، باید روغن در پوشش اولیه مناسب از نوع درجه غذایی، پر شود تا با ظروف پلی مری بزرگ در تماس نباشد.

تولید و عرضه روغن قنادی و آردی برای مصرف خانوار، ممنوع است.

۱۰-۳ بسته بندی برای مقادیر بزرگ^۱

ظروف بسته بندی انواع روغن قنادی و آردی باید از جنس استیل ضدزنگ باشد.

یادآوری - منظور از، ظروف بسته بندی مقادیر بزرگ برای حمل انواع روغن قنادی و آردی به سایر واحدهای تولیدی غذایی است.

۱۰-۴ حدود مجاز تغییرات وزن خالص در هر بسته انواع روغن قنادی و آردی باید مطابق جدول ۵ باشد:

جدول ۵- حدود مجاز تغییرات وزن خالص در انواع روغن قنادی و آردی

ردیف	وزن	(گرم) حدود مجاز تغییرات وزن
۱	از ۱۰۰۰۱ تا ۲۰۰۰۰ گرم	۴۰± گرم
۲	از ۲۰۰۰۱ تا ۲۵۰۰۰ گرم	۵۰± گرم

۱۱ نشانه گذاری

آگاهی های زیر باید بر روی هر بسته حاوی انواع روغن قنادی و آردی با خط خوانا و با جوهر غیرسمی، برای مصارف داخلی به زبان فارسی و برای صادرات به زبان انگلیسی و یا به زبان کشور خریدار، و با رعایت استاندارد ملی ایران شماره ۴۴۷۰، برچسب گذاری مواد غذایی از پیش بسته بندی شده، نوشته، چاپ و یا برچسب شود:

۱۱-۱ نام و نوع فرآورده

یادآوری ۱- در مورد واردات، نام و نشانی تولید کننده و علامت تجارتي آن در مبداء باید نوشته شود.

یادآوری ۲- ذکر نام روغن های متشکله به طور دقیق و بدون استفاده از کلمه یا الزامی است. مانند: (آفتابگردان، پالم اولیین، کلزا).

۱۱-۲ نام و نشانی تولید کننده و علامت تجاری آن.

یادآوری - در مورد واردات، نام و نشانی تولید کننده و علامت تجارتي آن در مبداء باید نوشته شود

۱۱-۳ تاریخ تولید (به روز، ماه و سال).

۱۱-۴ تاریخ انقضای قابلیت مصرف (به روز، ماه و سال).

۱۱-۵ وزن خالص.

۱۱-۶ شرایط نگه داری (دما- نور).

۷-۱۱ شرایط حمل و نقل (دما - نور).

۸-۱۱ عبارت (ساخت ایران).

یادآوری- در مورد واردات، نام کشور تولید کننده در مبداء باید نوشته شود.

۹-۱۱ عبارت (ویژه مصرف در صنایع غذایی و صنف مربوط، کاربرد دارد.) با قلم درشت نوشته شود.

۱۰-۱۱ نوشتن عبارت (برای سرخ کردن باید از روغن مخصوص سرخ کردنی استفاده شود).

۱۱-۱۱ شماره پروانه ساخت از وزارت بهداشت، درمان و آموزش .

یادآوری -در مورد واردات، شماره مجوز واردات از وزارت بهداشت، درمان و آموزش .

بر روی برچسب هر بسته باید میزان اسید چرب اشباع (درصد وزنی) نوشته شود .

۱۲-۱۱ بر روی برچسب هر بسته باید میزان اسید چرب ترانس (درصد وزنی) نوشته شود .

۱۳-۱۱ در صورتی که هریک از آگاهی های نوشته شده در بند نشانه گذاری مطابق دستورالعمل اجرایی

حداقل ضوابط برچسب گذاری فرآورده غذایی و آشامیدنی- سازمان غذا و دارو- اداره کل نظارت و ارزیابی

فرآورده های غذایی، آرایشی و بهداشتی- در نشانه گذاری فرآورده نوشته شده باشد. نوشتن مجدد آن مطابق

این استاندارد الزامی نمی باشد.

۱۴-۱۱ آگاهی های تغذیه ای

آگاهی های تغذیه ای بر روی برچسب روغن مصرفی خانوار، باید مطابق با مقررات و بر اساس دستورالعمل-

های اجرایی حداقل بر چسب گذاری فرآورده های غذایی و آشامیدنی صادره از سوی وزارت بهداشت، درمان

و آموزش پزشکی- سازمان غذا دارو، باشد.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مواد افزودنی

پیوست اطلاعاتی الف مربوط به تولید کنندگان انواع روغن قنادی و آردی، است.

الف- ۱ امولسیون کننده

نوع و مقدار امولسیون کننده‌های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی، باید مطابق با جدول الف-۱ باشد.

جدول الف-۱- نوع و مقدار امولسیون کننده های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی

ردیف	نام امولسیفایر	مقدار مجاز مصرف (میلی گرم بر کیلو گرم)
۱	پلی سوربات ها ^۱ (به تنهایی یا در ترکیب)	بیشینه ۱۰/۰۰۰ mg/kg
۲	دی استیل تارتاریک اسید و استرهای اسید چرب گلیسرول ^۲	بیشینه ۱۰/۰۰۰ mg/kg
۳	استرهای سوکروز اسید چرب ^۳	بیشینه ۱۰/۰۰۰ mg/kg
۴	سوکرو گلیسرید ها ^۴	بیشینه ۱۰/۰۰۰ mg/kg
۵	استرهای پلی گلیسرل اسید های چرب ^۵	بیشینه ۵/۰۰۰ mg/kg
۶	استرهای پلی گلیسرول ریسینولیک اسید اینتر استری شده ^۶	بیشینه ۴/۰۰۰ mg/kg
۷	استرهای پروپیلن گلایکول اسید های چرب ^۷	بیشینه ۲۰/۰۰۰ mg/kg
۸	ترکیبی از روغن دانه سویای حرارت دیده و دی گلیسرید های اسید های چرب ^۸	بیشینه ۵/۰۰۰ mg/kg
۹	لاکتیلات های -۲ - استئاریول ^۹	بیشینه ۱۰/۰۰۰ mg/kg
۱۰	سیترات استئاریل ^{۱۰} (بر حسب چربی یا روغن)	بیشینه ۱۰۰ mg/kg
۱۱	استرهای سوربیتان اسید های چرب ^{۱۱} (در ترکیب یا به تنهایی)	بیشینه ۱۰/۰۰۰ mg/kg
۱۲	مونو گلیسرید ^{۱۲}	GMP
۱۳	دی گلیسرید ^{۱۳}	GMP
۱۴	لسیتین ^{۱۴}	GMP

1-Polysorbates
2-Diacetyltartaric and fatty acid esters of glycerol
3-Sucrose esters of fatty acids
4-Sucroglycerides
5-Polyglycerol esters of fatty acids
6-Polyglycerol esters of interesterified ricinoleic acid
7-Propylene glycol esters of fatty acid
8-Thermally oxidized soya bean oil interacted with mono- and diglycerides of fatty acids
9-Stearoyl-2-lactylates
10-Stearyl citrate
11-Sorbitan esters of fatty acids
12-Monoglycerides
13-Diglycerides
14-Lecithin

الف-۲ آنتی اکسیدان

نوع و مقدار آنتی اکسیدان های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی، باید مطابق با جدول الف-۲ باشد.

جدول الف-۲ نوع و مقدار آنتی اکسیدان های مجاز مورد استفاده در انواع روغن قنادی و آردی

مقدار مجاز در فاز روغنی (میلی گرم بر کیلوگرم)	نام آنتی اکسیدان	ردیف
بیشینه ۵۰۰ به تنهایی یا به صورت ترکیب	توکوفرول (آلفا و دلتا) ^۱	۱
	کنسانتره مخلوط توکوفرول ^۲ (307b)	۲
	توکوفرول ^۳ (307a,307c)	۳
بیشینه ۵۰۰ (برحسب اسکوربیل استنات)	استرهای آسکوربیل ^۴	۴
بیشینه ۱۰۰	پروپیل گالات (PG) ^۵	۵
بیشینه ۷۵	تر شری هیدروکونین ^۶ بوتیل (TBHQ)	۶
بیشینه ۱۷۵	بوتیلات هیدروکسی آنیزول ^۷ (BHA)	۷
بیشینه ۷۵	بوتیلات هیدروکسی تولوئن ^۸ (BHT)	۸
بیشینه ۲۰۰ و هر یک به تنهایی نباید از مقدار مجاز ذکر شده بیشتر باشد	تمام ترکیبات پروپیل گالات، BHA، BHT و یا TBHQ	۹
بیشینه ۱۰۰	سیترات های ایزو پروپیل ^۹	۱۰
بیشینه ۱۰۰ (برحسب کلسیم دی سدیم بی آب EDTA)	تترا استیک اسید اتیلن دی آمین ^{۱۰}	۱۱
بیشینه ۲۰۰ (برحسب تیو دی پروپیونات اسید)	تیودی پروپیونات ها ^{۱۱}	۱۲
1-Tocopherol , d-alpha 2-Tocopherol concentrate, mixed 3-Tocopherol, dl-alpha 4-Ascorbyl esters 5-Propyl gallate 6-Tertiary butylhydroquinone 7-Butylated hydroxy anisole 8-Butylated hydroxy toluene 9-Isopropyl citrates 10-Ethylenediaminetetraacetic acid 11-Thiodipropionates		

پیوست ب

(اطلاعاتی)

روش آزمون اندازه گیری TBHQ

AOCS Official Method Ce 6-86

Reapproved 2009

Antioxidants—Liquid Chromatographic Method

DEFINITION

This method determines propyl gallate (PG), 2,4,5-trihydroxybutyrophenone (THBP), *tert*-butylhydroquinone (TBHQ), nordihydroguaiaric acid (NDGA), 2- and 3-*tert*-butyl-4-hydroxyanisole (BHA),

2,6-di-*tert*-butyl-4-hydroxymethylphenol (Ionox-100), 2,6-di-*tert*-butyl-4-hydroxytoluene (BHT) in oils, under the conditions of the test (see References, 1).

SCOPE

Applicable to animal and vegetable fats and oils and shortenings. The antioxidants are dissolved in hexane, partitioned into acetonitrile (which is concentrated and diluted with isopropanol to give a 1:1, v/v, isopropanol-acetonitrile solution) and then separated by reverse-phase gradient elution by HPLC and detected at 280 nm.

APPARATUS

1. Gradient liquid chromatograph—equipped with 10 mv strip chart recorder, 20 μ L sample loop injection valve, and detector to measure absorbance at 280 nm.
2. Typical operating conditions—detector sensitivity, 0.05 AUFS; time constant, 0; temperature, ambient; flow rate, 2 mL/min.
3. HPLC column—stainless steel, 250 mm length, 4.6 mm i.d., packed with 10 μ m LiChrosorb RP-18 (E. Merck, Darmstadt, Germany), or equivalent. Use guard column if desired. Baseline separation of all seven antioxidants should be obtained as shown in Figure 1.
4. Pyrex™ beakers—50 and 150 mL (see Notes, 1).
5. Separators—125 and 250 mL (see Notes, 1).
6. Volumetric flasks—50 and 100 mL (see Notes, 1).
7. Round-bottomed flasks—250 mL (see Notes, 1).
8. Graduated glass cylinders—with ground-glass stoppers, 10 mL.

REAGENTS

1. Solvents—distilled in glass, HPLC grade: acetonitrile, 2-propanol, and hexane (see Notes, *Caution*).
2. HPLC mobile phase, HPLC-grade solvents, or equivalent—
(a) Distilled H₂O, add 5% acetic acid. (b) Acetonitrile, add 5% acetic acid.

- (c) Use linear gradient, from 30% (b) in (a) to 100% (b) over 10 min, followed by 4 min hold at 100% (b) at 2 mL/min. (d) For test portion only, increase flow rate to 6 mL/min at 100% (b) for 5 min, or until nonpolar lipids are eluted.
 - (e) For test portions and standards, return to 30% (b) over 1 min at 2 mL/min, and let baseline, pressure, and mobile-phase composition stabilize, requiring about 10 min.
 - (f) Run blank gradient (no injection).
 - (g) Peaks interfering with detection of any antioxidant should not be present. If small peaks that cannot be eliminated are present, all relevant peak heights are to be corrected for interferences.
3. Antioxidants for standards—BHA (mixture of 2- and 3-isomers), BHT, TBHQ, Ionox-100, THBP, and PG (available from Polyscience Corp., Niles, IL, USA); NDGA (Food Chemicals Codex Reference Standard), or equivalent.
4. Standard solutions—Refrigerate all antioxidant solutions out of direct light. Prepare all solutions with 2-propanol + acetonitrile (1:1).
- (a) Stock solution (1 mg/mL)—Accurately weigh and transfer 50 mg of each antioxidant into one 50 mL volumetric flask, dissolve, dilute to volume and mix.
 - (b) Standard solution (0.01 mg/mL; 10 µg/mL)—Pipet 1 mL stock solution into a 100 mL volumetric flask, dilute to volume and mix.
5. Extracting solvents—Saturate hexane and acetonitrile by shaking together for 2 min and separate. Unless otherwise specified, use these saturated solvents for the extraction below.

PROCEDURE

1. Extraction of liquid oils—

- (a) Accurately weigh about 20 g oil into a 50 mL beaker and quantitatively transfer to a 100 mL volumetric flask, rinsing the beakers with hexane. Dilute to volume with hexane and mix.
- (b) Pipet 25 mL aliquot into a 125 mL separator funnel and extract with three 50 mL portions of acetonitrile. If emulsions form, break by holding separator funnel under hot tap water 5–10 sec. Collect extracts in 250 mL separator, and let combined extracts drain slowly into a 250 mL round-bottomed flask to aid removal of hexane-oil droplets.

Note—At this point, the 150 mL acetonitrile extract may be stored overnight under refrigeration.

- (c) Evaporate acetonitrile extract to 3–4 mL using a flash evaporation with water bath at a temperature of no more than 40°C. Evaporation should be completed in less than 10 min.

Note—Losses of TBHQ may occur if evaporation time is prolonged. Use an efficient vacuum source and ice-water cooling to decrease evaporation time.

- (d) Using a disposable pipet, transfer acetonitrile-oil droplet mixture to a 10 mL graduate. Rinse flask with small portions of nonsaturated acetonitrile, and transfer rinsings to the graduate with a disposable pipet until 5 mL is collected. Rinse disposable pipet, and continue to rinse flask with small portions of 2-propanol, transferring all rinsings to the graduate until exactly 10 mL is collected. Mix contents of the graduate.

Note—Avoid delays in analysis after preparing the test sample solution because loss of TBHQ may occur.

2. Extraction of lards or shortenings—

(a) Accurately weigh 10 g lard or shortening into a 150 mL beaker. Add approximately 30 mL hexane and dissolve sample, heating gently if necessary. Dilute to volume and mix. Pipet 25 mL aliquot into a 125 mL separator.

(b) Continue extractions as in Procedure, 1, (b).

3. Chromatography—

(a) Using a sample loop injection valve, inject, in duplicate, 20 μ L of the prepared sample solutions onto the column, and solvent program as described in Reagents, 2. Inject 20 μ L antioxidant standard solution, Reagents, 4, (b), and solvent program as described, before and after each test portion. For test portion peaks off-scale, quantitatively dilute the sample solution with 2-propanol + acetonitrile (1:1).

(b) Identify peaks by comparison with retention times of the standard.

Note—Octyl gallate (available from Pfaltz and Bauer, Inc., Stamford, CT, USA), if present, may coelute with

Ionox-100, but can be separated with a H₂O-methanol gradient as follows: 30% (c) (methanol with 5% acetic acid) in (a) (H₂O with 5% acetic acid) to 100% (c) over 10 min. If both Ionox-100 and octyl gallate are present, accurate quantitation may not be possible.

(c) Carry out reagent blank determination, substituting 25 mL hexane for hexane-oil.

Continue extraction as in Procedure, 1, (b). Inject 20 μ L reagent blank solution, and solvent program as described. Peaks interfering with determination of any antioxidant should not be present. Using blank gradient chromatogram as a guide to follow baseline, determine average peak height of antioxidant test samples from duplicate injections (corrected for reagent and gradient blanks) and average peak height of antioxidant standard from duplicate injections before and after sample (corrected for gradient blank).

CALCULATIONS

1. Calculate concentrations of antioxidant as follows:

$$\text{Antioxidant, mg/kg} = \frac{R}{R'} \times C \times W$$

Where—

R and R' = peak heights from samples and standard, respectively

C = concentration of standard in μ g/mL

W = mass of sample in g/mL in 10 mL final extract

D = dilution factor if solution injection is diluted

METHOD PERFORMANCE

Average recovery (av rec); Sr, repeatability (within-laboratory) standard deviation; SR, reproducibility (including repeatability)

standard deviation are as follows (as noted in References, 3):

1. Oils—

PG av rec at 19–201 mg/kg = 95%

(SR = 3.3–7.6, Sr = 2.2–7.6) THBP av rec at 20–201 mg/kg = 97%

(SR = 1.3–6.5, Sr = 1.0–5.2) TBHQ av rec at 19–205 mg/kg = 98%

(SR = 2.5–26.0, Sr = 1.5–9.5) NDGA av rec at 18–98 mg/kg = 97%

(SR = 0.5–4.9, Sr = 0.3–4.7) BHA av rec at 19–207 mg/kg = 99%

(SR = 0.7–7.8, Sr = 0.4–6.5) Ionox-100 av rec at 20–217 mg/kg = 96%

(SR = 0.7–14.7, Sr = 0.7–12.2) BHT av rec at 20–210 mg/kg = 84%

(SR = 0.9–5.2, Sr = 0.9–3.5)

2. Lard—

PG av rec at 37–101 mg/kg = 91%

(SR = 1.6–4.0, Sr = 1.6–3.2) THBP av rec at 39–105 mg/kg = 92%

(SR = 1.4–13.8, Sr = 1.4–7.2) TBHQ av rec at 38–102 mg/kg = 92%

(SR = 11.6–25.0, Sr = 6.0–7.7) NDGA av rec at 36–98 mg/kg = 93%

(SR = 1.0–5.4, Sr = 1.0–2.6) BHA av rec at 38–103 mg/kg = 97%

(SR = 1.9–3.9, Sr = 1.9–2.5) Ionox-100 av rec at 40–108 mg/kg = 95%

(SR = 1.8–5.9, Sr = 1.2–4.8) BHT av rec at 39–105 mg/kg = 86%

(SR = 1.0–5.6, Sr = 1.1–3.4)

NOTES

Caution

Acetonitrile is flammable. There is toxic action by skin absorption and inhalation. The TLV is 40 ppm in air. A fume hood should be used at all times when using acetonitrile.

Acetone, 2-propyl alcohol, and methyl alcohol are flammable solvents. Use a fume hood when heating, evaporating, and working with these solvents.

Hexane is flammable and a dangerous fire risk. The TLV is 50 ppm in air. The Occupational Safety and Health Administration recommends that exposure not exceed 350 ng/M³ for a time-weighted average. Hexane vapor causes lung irritation and produces neurotoxic effects. A fume hood should be used at all times when using hexane.

Chloroform is a known carcinogen. It is toxic by inhalation and has anesthetic properties. Avoid contact with the skin. Prolonged inhalation or ingestion can lead to liver and kidney damage and may be fatal. It is nonflammable, but will burn on prolonged exposure to flame or high temperature. The TLV is 10 ppm in air. A fume hood should be used at all times when using chloroform.

NUMBERED NOTES

1. Rinse all glassware with CHCl₃ (see Notes, *Caution*), acetone, and methyl alcohol, in that order, and blow dry with nitrogen.

REFERENCES

1. This method was adopted from *Official Methods of Analysis*, AOAC International, 16th ed., Vol. II, Gaithersburg, MD, 1995, Chapt. 47, p. 2, Method 983.15 and *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives*, International Union of Pure and Applied Chemistry, 7th edn., Blackwell Scientific Publications, 1987, IUPAC Method 2.642.
2. From Page, B. D., *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 66:729 (1983).
3. Horwitz, W., *Ibid.* 67:432 (1984).

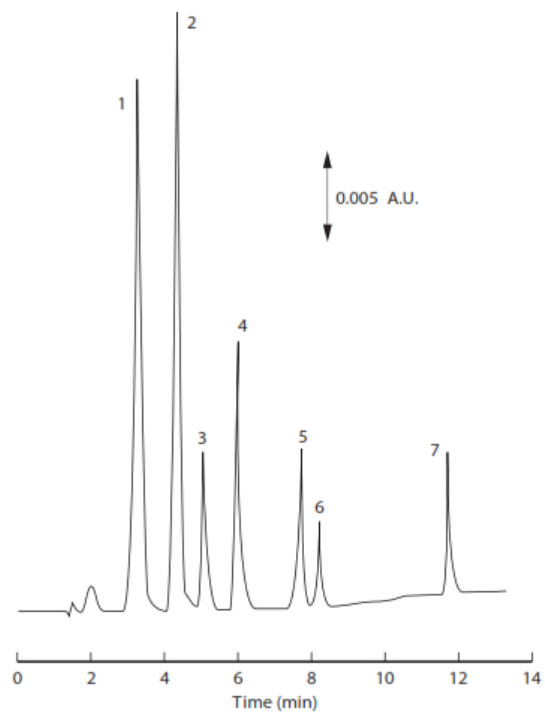


Figure 1. Chromatographic separation of antioxidant standards, about 0.2 μg of each antioxidant. 1, PG; 2, THBP; 3, TBHQ; 4, NDGA; 5, BHA; 6, Ionox-100; 7, BHT. See References, 2.