ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 8420 2013

ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ ЖИРЫ И МАСЛА

Определение содержания полярных соединений

ISO 8420:2002
Animal and vegetable fats and oils — Determination of content of polar compounds (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом птицеперерабатывающей промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИПП Россельхозакадемии) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык 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 06 сентября 2013 г. № 849–ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 8420:2002 «Животные и растительные жиры и масла. Определение содержания полярных соединений» (ISO 8420:2002 «Animal and vegetable fats and oils —Determination of content of polar compounds»).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 11 «Животные и растительные жиры и масла» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Следует иметь в виду, что некоторые элементы международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ ЖИРЫ И МАСЛА
Определение содержания полярных соединений

Animal and vegetable fats and oils.

Determination of content of polar compounds

Дата введения – 2015–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания полярных соединений в животных и растительных жирах и маслах (далее – жиры).

Полярные соединения образуются в процессе нагревания жиров и, таким образом, метод служит для оценки порчи жиров для жарки в процессе их использования.

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит положения, которые в силу их упоминания в настоящем тексте образуют положения настоящего стандарта. Все последующие изменения документов, обозначенных датированными ссылками, допустимо использовать только после внесения соответствующих изменений в настоящий стандарт. Недатированные ссылки предполагают использование последнего издания документа, включая все изменения.

ИСО 661:1989 Масла и жиры животные и растительные. Приготовление образца для испытаний (ISO 661:1989 Animal and vegetables fats and oils; preparation of test sample)

Примечание – *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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.*

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **полярные соединения:** Компоненты жиров, определяемые методом колоночной хроматографии в условиях, установленных в настоящем стандарте.

Примечания

1 Содержание полярных соединений выражают как массовую долю в процентах.

2 Полярные соединения включают в себя как полярные соединения, присутствующие в неиспользованных жирах, такие как моноглицериды, диглицериды и свободные жирные кислоты, так и полярные продукты превращений, образовавшиеся при нагревании в процессе жарки пищевого продукта. Неполярные соединения в основном представляют собой неизмененные триглицериды.

Издание официальное

4 Сущность метода

Пробу разделяют колоночной хроматографией на полярные и неполярные соединения. Неполярные соединения элюируют и взвешивают. Полярные соединения определяют по разности.

5 Реактивы и материалы

Используют реактивы только признанной аналитической квалификации, дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Силикагель с размером частиц от 0,063 до 0,200 мм (от 70 меш до 230 меш), например Merck 7734[1], доведенный до массовой доли влаги 5 % следующим образом.

Помещают примерно 180 г силикагеля в фарфоровую чашку. Высушивают в сушильном шкафу при температуре (160 ± 5)°С не менее 4 ч при периодическом перемешивании и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. Доводят массовую долю воды в силикагеле до 5%, поместив 152 г силикагеля и 8 г воды в колбу вместимостью 500 см^3. Колбу закрывают и перемешивают на встряхивателе в течение 60 мин.

Хранят силикагель в плотно закрытом контейнере. Оставшаяся часть силикагеля должна быть использована в течение 24 ч, так как восстановлению и кондиционированию она не подлежит.

5.2 Элюирующий раствор готовят смешиванием 87 объемов легкого петролейного эфира для хроматографии (диапазон температур кипения от 40°С до 60°С) и 13 объемов стабилизированного диэтилового эфира (см. предупреждение в 9.4.6).

5.3 Песок, промытый кислотой и прокаленный.

5.4 Вата хирургическая негигроскопичная.

5.5 Азот, чистота от 99,0 % до 99,8 %.

6 Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Круглодонные и плоскодонные стеклянные колбы со шлифом, вместимостью 250 см^3.

6.2 Хроматографическая колонка, стеклянная, внутренним диаметром 21 мм и длиной 450 мм с краном (предпочтительно из политетрафторэтилена) и имеющая соединительный внутренний шлиф в верхней части.

6.3 Капельная воронка вместимостью 250 см^3 со шлифом для установки на колонку (см. 6.2).

6.4 Стеклянная палочка длиной приблизительно 600 мм.

6.5 Ротационный испаритель или другое оборудование для удаления растворителя под вакуумом.

6.6 Встряхиватель.

7 Отбор проб

Важно, чтобы в лабораторию поступала представительная проба, которая не была повреждена или изменена во время транспортировки и хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного настоящим стандартом. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ИСО 5555.

8 Подготовка пробы

Подготовку пробы проводят в соответствии с ИСО 661.

Полутвердые и твердые пробы нагревают до температуры немного выше точки плавления и осторожно перемешивают. Следует избегать перегрева. Видимые загрязнения удаляют фильтрованием после перемешивания. При наличии воды необходимо использовать гидрофобный фильтр.

[1] Merck № 7734 является торговым наименованием продукта, поставляемого фирмой Merck. Данная информация дана для удобства пользователей настоящего стандарта. Могут использоваться эквивалентные продукты, если показано, что они приводят к тем же результатам.

9 Проведение анализа

9.1 Подготовка колонки

С помощью стеклянной палочки (см. 6.4) помещают кусочек ваты (см. 5.4) в нижнюю часть колонки (см. 6.2) и прижимают ее вниз. Помещают в колонку приблизительно 30 см^3 элюирующего растворителя (см. 5.2) и удаляют воздух, придавливая вату палочкой.

В стакане готовят суспензию 25 г силикагеля (см. 5.1) в 80 см^3 элюирующего раствора и с помощью воронки переносят суспензию в колонку. Завершают перенос силикагеля в колонку промывкой стакана элюирующим растворителем.

Открывают кран и сливают растворитель, пока его уровень не станет примерно на 100 мм выше уровня силикагеля. Выравнивают силикагель постукиванием по колонке.

Через воронку добавляют приблизительно 4 г песка (см. 5.3). Верхнюю часть элюирующего растворителя сливают, оставляя 10 мм над уровнем песка.

Использованный при подготовке колонки элюирующий растворитель удаляют.

9.2 Оценка эффективности колонки

Если необходимо, эффективность колонки оценивают в соответствии с приложением А.

9.3 Проба

Взвешивают (2,5 ± 0,1) г пробы (см. раздел 8) с точностью 0,001 г в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

9.4 Определение

9.4.1 Пробу (см. 9.3) растворяют в приблизительно 20 см^3 элюирующего растворителя (см. 5.2) при слабом нагреве. Остужают до комнатной температуры и доводят до 50 см^3 элюирующим растворителем.

9.4.2 С помощью пипетки переносят 20 см^3 анализируемого раствора (см. 9.4.1) в подготовленную колонку (см. 9.1), избегая нарушения поверхности песка.

9.4.3 Взвешивают с точностью 0,001 г колбу вместимостью 250 см^3, предварительно высушенную при температуре (103 ± 2)°С и охлажденную в эксикаторе, и устанавливают ее под выход колонки.

9.4.4 Открывают кран и дают растворителю стечь до уровня верхнего слоя песка, собирая элюат (содержащий неполярные соединения) в колбу вместимостью 250 см^3.

9.4.5 Продолжают элюирование неполярных соединений, добавляя 150 см^3 элюирующего растворителя (см. 5.2) через капельную воронку (см. 6.3). Регулируют скорость потока так, чтобы 150 см^3 проходило через колонку за время от 60 до 70 мин.

После завершения элюирования с помощью пипетки или капельницы смывают в колбу элюирующим растворителем все вещества, задержавшиеся на выходе из колонки.

Если полярные соединения необходимы, например, для проверки эффективности колонки, они могут быть элюированы с помощью 150 см^3 диэтилового эфира, в соответствии с процедурой, описанной в 9.4.5 и 9.4.6.

Силикагель после завершения элюирования удаляют.

9.4.6 Растворитель удаляют из колбы под низким вакуумом с помощью ротационного испарителя и водяной бани при температуре не выше 60°С. Необходимо избегать потерь из-за вспенивания. Остатки растворителя удаляют азотом.

П р е д у п р е ж д е н и е – В диэтиловом эфире могут образовываться взрывоопасные перекиси. Поэтому важно использовать стабилизированный диэтиловый эфир и проводить перегонку, используя низкую, насколько возможно, температуру, тщательно собирая перегнанный эфир.

При отсутствии ротационного испарителя элюирующий растворитель отгоняют в токе азота.

9.4.7 Колбу высушивают в сушильном шкафу при температуре (103 ± 2) °С в течении 30 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 1 мг.

Снова нагревают 30 мин при тех же условиях, дают остыть и взвешивают.

Разность между двумя взвешиваниями не должна превышать 1 мг. В противном случае повторяют операции нагревания, охлаждения и взвешивания, пока разность между последовательными взвешиваниями не превысит 1 мг. Записывают конечную массу колбы.

Если наблюдается значимое увеличение массы (более 1 мг), то может иметь место окисление высушиваемого масла. В этом случае для вычислений выбирают наименьшее значение массы.

9.5 Количество определений

Выполняют два определения с пробами (см. 9.3), взятыми из одного и того же образца (см. раздел 8).

10 Обработка результатов

10.1 Вычисление

Массовую долю полярных соединений, *w*, %, вычисляют по формуле

$$W = 100 - \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m_1 – масса колбы с выделенными неполярными соединениями (см. 9.4.7), г;

m_2 – масса пустой колбы (см. 9.4.3), г;

m – масса пробы, соответствующая 20 см^3 раствора пробы (см. 9.4.1), г; в данном случае 2/5 от 2,5 г.

За результат принимают среднеарифметическое значение двух определений, если они удовлетворяют условиям повторяемости (см. 11.2).

Результат округляют до одного десятичного знака.

11 Прецизионность

11.1 Результаты межлабораторных испытаний

Условия и результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении В. Значения, полученные в этих межлабораторных испытаниях, неприменимы в диапазонах концентраций, отличающихся от указанных.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя единичными независимыми результатами анализа, полученными с использованием одного метода на идентичном тестовом материале в одной лаборатории одним оператором с использованием того же оборудования в течение короткого интервала времени не должно превышать приведенное в приложении В значение предела повторяемости *r* более чем в 5 % случаев.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя единичными результатами анализа, полученными с использованием одного метода на идентичном тестовом материале в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования не должно превышать приведенное в приложении В значение предела воспроизводимости *R* более чем в 5% случаев.

12 Протокол испытаний

В протоколе должны быть указаны:

- вся информация, необходимая для полной идентификации пробы;
- использованный метод отбора проб, если он известен;
- использованный метод испытания, со ссылкой на настоящий стандарт;
- все детали, не обозначенные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, вместе с любыми обстоятельствами, которые могли бы повлиять на результаты испытания;
- полученный(ые) результат(ы) испытаний или, если повторяемость была проверена, окончательный(ые) результат(ы).

Приложение А
(обязательное)

Оценка эффективности колонки

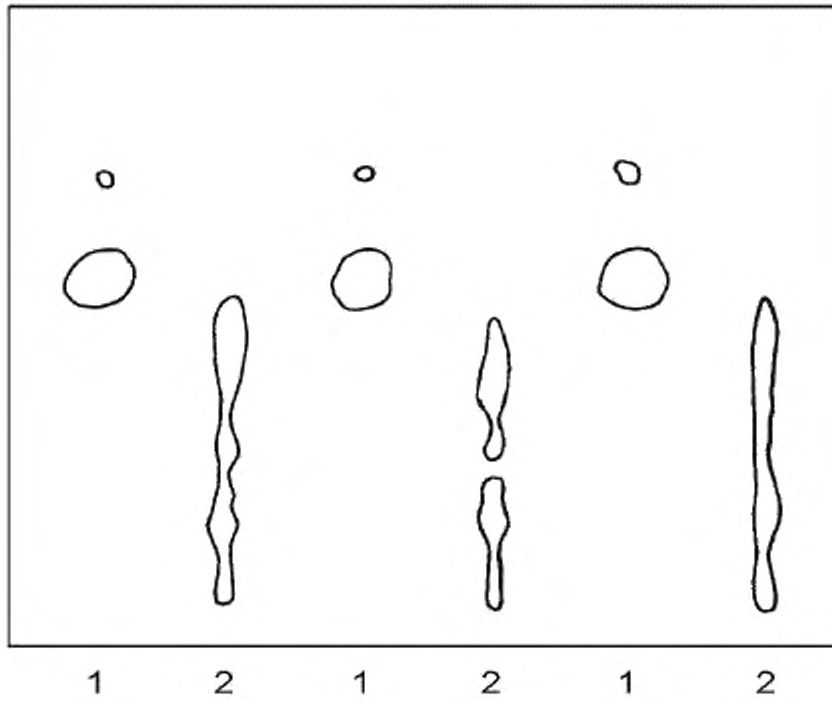
Эффективность колонки может быть проверена тонкослойной хроматографией следующим образом.

Готовят растворы полярных и неполярных соединений (разделенных как в 9.4) массовой долей 10% в хлороформе и наносят по 0,002 $см^3$ в виде пятен на пластинку, покрытую слоем силикагеля толщиной 0,25 мм, без флуоресцентного индикатора.

Камеру выкладывают фильтровальной бумагой для достижения насыщения. Пластинку помещают в хроматографическую камеру и развивают хроматограмму с использованием подвижной фазы, состоящей из смеси легкого петролейного эфира (температура кипения от 40°С до 60°С), диэтилового эфира и 100%-ной уксусной кислоты (70 + 30 + 2 по объему). Дают фронту растворителя подняться на высоту примерно 170 мм; обычно это занимает 35 мин. Вынимают пластину и дают растворителю испариться.

Опрыскивают пластину раствором 12-фосфорномолибденовой кислоты в этаноле концентрацией 100 $г/дм^3$. Дают этанолу испариться и затем нагревают пластину в сушильном шкафу при температуре от 120°С до 130°С.

Эффективность разделения может быть также оценена сравнением сумм измеренных количеств полярных и неполярных соединений с количеством пробы, содержащейся в 20 $см^3$ анализируемого раствора (см. 9.4.1). Для проб, содержащих большое количество полярных веществ, открываемость пробы может быть неполной, так как небольшие количества высоко полярных соединений (обычно не более 1% – 2%) не элюируются при условиях, указанных в настоящем стандарте.



Обозначения
1 Неполярные соединения
2 Полярные соединения

Рисунок А.1 – Хроматограмма, полученная после разделения фритюрных жиров на полярные и неполярные соединения

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Международные межлабораторные испытания, включающие 16 лабораторий из шести стран, были выполнены на пяти пробах использованных фритюрных масел.

Испытания были организованы DIN в 2000 году, результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с ИСО 5725-2, полученные показатели прецизионности приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 – Статистические результаты

Наименование показателя	Проба				
	A	B	C	D	E
Число участвующих лабораторий	15	16	15	15	16
Число лабораторий, оставшихся после удаления выбросов	13	13	11	14	10
Число единичных результатов тестов по всем лабораториям для каждой пробы	26	26	22	28	20
Среднее значение, %	16,01	22,28	11,74	32,06	20,80
Стандартное отклонение повторяемости (s_r)	0,27	0,29	0,34	0,33	0,14
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,7	1,3	2,9	1,0	0,7
Предел повторяемости (r)	0,74	0,81	0,95	0,92	0,38
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R)	1,04	1,29	0,56	1,66	0,61
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	6,5	5,8	4,8	5,2	3,0
Предел воспроизводимости (R)	2,5	2,3	1,7	2,2	1,2

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного, стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 9186-1:2007	–	*
ИСО 15223-1	IDT	ГОСТ Р ИСО 15223-1–2010 «Изделия медицинские. Символы, применяемые при маркировании на медицинских изделиях, этикетках и в сопроводительной документации. Часть 1. Общие требования»
ИСО 80416-2	–	*
МЭК 80416-1:2008	–	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
– IDT – идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 5555 — *Animal and vegetable fats and oils — Sampling (ИСО 5555* Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб)

[2] ISO 5725-1:1994 — *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions (*Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения)

[3] ISO 5725-2:1994 — *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 (*Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

УДК 664.31:006.034 ОКС 67.200.10

Ключевые слова: животные жиры, растительные масла, полярные соединения, колоночная хроматография

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1906

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru