МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO/TS 23647— 2024

ЖИРЫ И МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение содержания воска методом газовой хроматографии

(ISO/TS 23647:2010, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Некоммерческой организацией «Ассоциация производителей и потребителей масложировой продукции» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 октября 2024 г. № 178-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2024 г. № 1739-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO/TS 23647—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 мая 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 23647:2010 «Жиры и масла растительные. Определение содержания воска методом газовой хроматографии» («Vegetable fats and oils — Determination of wax content by gas chromatography», IDT).

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

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 Некоторые элементы настоящего стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации (ISO) не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех патентных прав

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2010
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации 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 Термин и определение 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы и материалы 2
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 3
8 Приготовление пробы для испытания 3
9 Проведение анализа 3
10 Точность 5
11 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Хроматограммы 7
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 11
Приложение С (справочное) Приготовление стандарта кристаллического воска подсолнечника . . . 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственым стандартам 15
Библиография 16

Введение

Растительные масла и жиры состоят преимущественно из триацилглицеридов, также содержат небольшое количество неглицеридных веществ, которые часто называются сопутствующими компонентами. Благодаря составу этих сопутствующих компонентов (например, стеринов, стериловых эфиров, тритерпеновых диспиртов и восков) можно получить характерную информацию для идентификации масел. Поскольку физические и химические стадии переработки растительных масел и жиров могут привести к изменению их состава и содержания, анализ указанных сопутствующих компонентов может быть применен для характеристики стадий переработки, с помощью которых было получено масло.

Воски являются природными соединениями, которые встречаются в различных растительных маслах и могут легко кристаллизоваться при низких температурах, вызывая помутнение. Удаление восков, как правило, является частью процесса рафинации растительного масла (например, подсолнечного масла, масла из рисовых отрубей, кукурузного масла), эффективность которого необходимо проверять.

Настоящий стандарт не распространяется на анализ восков оливкового масла.

В настоящее время не существует надежного официального метода измерения содержания воска и состава растительных масел и жиров, кроме метода для оливкового масла. Холодный тест не дает ни качественных, ни количественных результатов; методы, разработанные для оливкового масла, не подходят для других растительных масел из семян и могут вызвать много проблем при интерпретации результатов. Существует промышленная и коммерческая потребность в международном стандарте, применимом к сырым, гидратированным, с предварительно удаленными восками, вымороженным и полностью рафинированным растительным маслам и жирам.

Воски из различных растительных масел и жиров отделяют от триацилглицеридов и других неглицеридных соединений, содержащих двойные связи, методом колоночной хроматографии с использованием смешанной колонки, заполненной силикагелем и силикагелем, пропитанным $AgNO_3$.

Затем восковую фракцию анализируют с помощью капиллярной газовой хроматографии. Метод также дает информацию об общем содержании восков и их составе. Такую полученную информацию можно свободно использовать для проверки качества масла и контроля за уровнем эффективности процесса по удалению восков.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЖИРЫ И МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение содержания воска методом газовой хроматографии

Vegetable fats and oils. Determination of wax content by gas chromatography

Дата введения — 2025—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воска в сырых, гидратированных, нейтрализованных, вымороженных и полностью рафинированных растительных маслах, таких как подсолнечное, соевое, рапсовое, кукурузное и масло из рисовых отрубей, с применением газовой хроматографии. Метод не применим к оливковому маслу или оливковому маслу из выжимок.

Воски — это сложные эфиры длинноцепочечных жирных кислот и жирных спиртов (с C_{20} или более насыщенными атомами углерода в цепи).

Содержание воска выражается в миллиграммах на килограмм масла (жира).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 661, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания)

3 Термин и определение

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание воска** (wax content): Массовая доля тех веществ в пробе, которые определяются в условиях, указанных в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание воска выражается в миллиграммах на килограмм масла.

4 Сущность метода

Воски отделяют методом колоночной хроматографии с использованием смешанной колонки, заполненной силикагелем и силикагелем, пропитанным $AgNO_3$. Определение восков происходит с помощью капиллярной газовой хроматографии (ГХ) с применением внутреннего стандарта, предварительно добавленного в масло.

Издание официальное

5 Реактивы и материалы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Следует уделить особое внимание правилам обращения с опасными веществами. Необходимо соблюдать технические, организационные и личные меры безопасности.

При проведении анализа, если не указано иное, используют только реактивы признанной аналитической чистоты, которые подходят для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 н-Гексан.

5.2 Дихлорметан.

5.3 н-Гептан.

5.4 Хлороформ.

5.5 Силикагель 60, размер частиц от 0,063 до 0,200 мм (от 70 до 230 меш), например, Merck № 107734[1)].

5.6 Нитрат серебра ($AgNO_3$).

5.7 Гексатриаконтан[2)] (C_{36} парафин).

5.7.1 Раствор внутреннего стандарта, массовая концентрация 0,1 мг/см^3 в н-гептане.

5.7.2 Стандарт для определения фактора отклика, массовая концентрация 1 мг/см^3 в н-гептане.

5.8 Стандарты для определения пиков на газовой хроматограмме, чистые воски[3)], например C_{40}, C_{44}.

5.8.1 Стандарт для определения фактора отклика, стеарилстеарат или стеариловый эфир стеариновой кислоты (воск C_{36}), массовая концентрация 1 мг/см^3 в хлороформе.

5.9 Воск подсолнечника кристаллический, полученный из отработанного фильтровального порошка после вымораживания или из сырого подсолнечного масла методом кристаллизации. Метод получения см. в приложении С.

5.10 Вата хлопковая, хирургическая, неабсорбирующая.

6 Оборудование

6.1 Хроматографическая колонка из стекла с внутренним диаметром 30 мм и длиной 450 мм, оборудованная краном из политетрафторэтилена (ПТФЭ).

6.2 Стеклянная палочка длиной около 600 мм.

6.3 Пипетка Пастера по ISO 7712 [4].

6.4 Вакуумный роторный испаритель.

6.5 Круглодонная колба вместимостью 250 см^3 (для сбора восковой фракции).

6.6 Грушевидная колба вместимостью 25 см^3 (для сбора концентрированной восковой фракции).

6.7 Газовый хроматограф, оборудованный пламенно-ионизационным детектором, инжектором для ввода проб с делением/без деления потока и интегратором или системой сбора и регистрации данных.

6.8 Капиллярная колонка из плавленого кварца длиной 25 м, внутренним диаметром 0,32 мм или желательно 0,20 мм, покрытие — диметилполисилоксан (например, HP-1 или OV-1 или аналог), толщина пленки — 0,11 мкм.

[1)] Merck № 107734 является примером подходящего коммерчески доступного продукта. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой данного продукта со стороны ISO. Может применяться эквивалентный продукт, если установлено, что его использование обеспечивает сопоставимые результаты.

[2)] Гексатриаконтан доступен от Sigma-Aldrich с чистотой не менее 99 % по массовой доле. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой данного поставщика со стороны ISO.

[3)] Чистые воски, например, стеариловый эфир бегеновой кислоты (C_{40}), стеариловый эфир стеариновой кислоты (C_{36}) и бегениловый эфир бегеновой кислоты (C_{44}) доступны от Sigma-Aldrich, с чистотой 99 % по массовой доле. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой данного поставщика со стороны ISO.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 5555 [1].

В лабораторию следует направлять представительную пробу. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортирования или хранения.

8 Приготовление пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

Лабораторную пробу нагревают до 130 °С. Затем перемешивают до полного расплавления кристаллизованных восков и удаляют всю влагу (можно использовать магнитную мешалку или микроволновую печь).

9 Проведение анализа

9.1 Приготовление Силикагеля 60, пропитанного нитратом серебра

В фарфоровую выпарную чашку помещают 100 г Силикагеля 60 (5.5). На силикагель наносят раствор нитрата серебра, содержащий 5 г $AgNO_3$ (5.6), растворенный в 240 $см^3$ воды, и после тщательного перемешивания выравнивают поверхность. Полученную суспензию помещают в холодный шкаф с электрическим обогревом, нагревают до 170 °С и активируют гель в течение ночи. Медленно охлаждают до 50 °С в шкафу с электрическим обогревом (в темноте). Хранят полученный наполнитель колонки в плотно закрытой емкости в темном помещении. При необходимости удаляют темные частицы с поверхности пропитанного силикагеля.

Гель содержит 5 % массовой доли $AgNO_3$.

9.2 Наполнитель колонки

С помощью стеклянной палочки (6.2) хлопковую вату (5.10) помещают в нижнюю часть колонки (6.1) и прижимают ее. Наливают 30 $см^3$ н-гексана (5.1) в колонку и удаляют воздух, прижимая вату палочкой. Позволяют слою растворителя подняться примерно на 2—3 мм над ватой, прежде чем внести силикагель в колонку.

Вносят 3 г пропитанного силикагеля (9.1) в стеклянную колонку (6.1), удаляют весь захваченный воздух и выравнивают поверхность. Добавляют 12 г Силикагеля 60 (5.5) поверх предыдущего наполнителя, удаляют весь воздух и обеспечивают защиту от света. Промывают наполнитель колонки 90—100 $см^3$ н-гексана, при необходимости удаляют все пузырьки воздуха легким постукиванием. При добавлении растворителя для промывки кран должен быть открыт. Перед добавлением раствора пробы оставляют слой растворителя примерно на 5 мм выше наполнителя колонки.

9.3 Выделение восков

9.3.1 Подготовка пробы

Смесь растворителей А: н-гексан (5.1) и дихлорметан (5.2), где объемная доля н-гексана $\varphi_{(C_6H_{14})}$ = 95 $см^3$/100 $см^3$ и объемная доля дихлорметана $\varphi_{(CH_2Cl_2)}$ = 5 $см^3$/100 $см^3$.

Взвешивают пробу в соответствии с предполагаемым содержанием воска (подсолнечное масло: 3 г из сырого масла и нейтрализованного масла и от 4 до 4,5 г из вымороженного и полностью рафинированного масла, другие масла: от 4 до 4,5 г). К пробе добавляют 3 $см^3$ раствора внутреннего стандарта (5.7.1) и 7 $см^3$ смеси растворителей А. Тщательно перемешивают и переносят 2 $см^3$ полученного раствора в колонку с помощью пипетки Пастера (6.3).

Устанавливают скорость потока в диапазоне от 1,5 до 2 $см^3$/мин, промывают внутреннюю поверхность стеклянной колонки три раза по 3 $см^3$ смесью растворителей А. Следят за тем, чтобы колонка не высыхала, оставляют слой растворителя 5 мм над наполнителем колонки перед добавлением следующей порции растворителя.

9.3.2 Колоночная хроматография

Смесь растворителей В: н-гексан (5.1) и дихлорметан (5.2), где объемная доля н-гексана, $\varphi_{(C_6H_{14})}$ = 80 $см^3$/100 $см^3$ и объемная доля дихлорметана $\varphi_{(CH_2Cl_2)}$ = 20 $см^3$/100 $см^3$.

Элюируют воски 190 $см^3$ растворителя В. Устанавливают скорость потока примерно 3 $см^3$/мин.

Собирают весь материал, который элюируется из колонки, в круглодонную колбу (6.5) и выпаривают растворитель с помощью вакуумного роторного испарителя (6.4). Остаток растворяют в небольшом количестве хлороформа (5.4), переносят раствор в грушевидную колбу (6.6), снова выпаривают растворитель и повторно растворяют воски примерно в 1 $см^3$ хлороформа. Проводят ГХ-анализ полученного раствора.

9.4 Определение содержания восков методом газовой хроматографии

9.4.1 Рекомендованные условия для газовой хроматографии

Колонка:	HP-1 (25 м × 0,20 мм, толщина пленки 0,11 мкм).
Термостатируемая камера:	170 °С (0,1 мин); 170 °С до 350 °С (6 °С/мин); 350 °С изотерма (20 мин).
Газ-носитель:	H_2.
Скорость потока:	1,4 $см^3$/мин.
Инжектор:	355 °С, деление потока: 1:30.
Детектор:	360 °С (ПИД).

Данные условия могут быть скорректированы в соответствии с характеристиками газового хроматографа и колонки для обеспечения качественного разделения восковых соединений.

9.4.2 Определение фактора отклика

Смешивают равные объемы стандартных растворов (5.7.2 и 5.8.1) и вводят 1 мкл смеси в ГХ для определения фактора отклика F_r

$$F_r = \frac{A_{IS}\,\rho}{A\,\rho_{IS}}, \tag{1}$$

где A_{IS} — площадь пика гексатриаконтана (5.7.2);

A — площадь пика стеарилстеарата;

ρ — массовая концентрация стеарилстеарата (5.8.1);

ρ_{IS} — массовая концентрация гексатриаконтана (5.7.2).

Значение F_r должно быть между 1,1 и 1,2. Раствор хранят в герметично закрытой виале в темном месте. Определение повторяют по мере необходимости, как правило, один раз в неделю.

9.4.3 Расчет содержания воска

В ГХ вводят от 1,5 до 2 мкл раствора восков (выделенных согласно 9.3). Используют следующий порядок: растворитель, углеводороды, внутренний стандарт (гексатриаконтан), воски.

Если выделение (9.3) выполнено должным образом, восковая фракция (особенно подсолнечный воск) должна демонстрировать типичную картину: площади последующих пиков после пика C_{48} непрерывно уменьшаются (см. рисунок А.1 и таблицу С.1). Анализ данных может стать невозможным из-за перекрывающихся пиков или больших пиков (например, сложные эфиры стеролов и триглицериды) в конце восковой области. В этом случае повторяют колоночную хроматографию (см. рисунок А.4).

9.4.3.1 Подсолнечное масло

Основными компонентами подсолнечного воска являются воски со следующим числом атомов углерода: C_{44}, C_{46}, C_{48}. Подсолнечный воск преимущественно состоит из восков с четным числом атомов углерода, например, C_{44}, C_{46}, C_{48}, C_{50}, C_{52}, C_{54}. Среди этих основных пиков также можно обнаружить второстепенные пики с нечетным числом атомов углерода. При расчете учитывают все пики (второстепенные и основные пики).

Расчет выполняют на основе предыдущих измерений и литературы (см. [5]—[7]). Массовую долю воска w_t, мг/кг масла, определяют по формуле

$$w_t = \frac{F_r\left[A_{>C_{44}} + (1+k)\,A_{C_{44}}\right] m_{IS}}{A_{IS}\,m}, \tag{2}$$

где F_r — фактор отклика (9.4.2);

$A_{>C_{44}}$ — общая площадь пиков восков с числом атомов углеродов в цепи более C_{44};

$A_{C_{44}}$ — площадь пика воска C_{44};

A_{IS} — площадь пика гексатриаконтана;
k — эмпирический коэффициент (k = 1,0 для рафинированных и вымороженных масел; k = 0,5 для нерафинированных масел, см. [5]);
m_{IS} — масса внутреннего стандарта, добавленного в масло, мкг;
m — масса масла, г.

9.4.3.2 Другие масла

Основными восковыми компонентами растительных масел (соевого, рапсового и кукурузного) являются воски со следующим числом атомов углерода: C_{40}, C_{41}, C_{42}, C_{44}, C_{46}. Как правило, их содержание ниже 20 мг/кг в хорошо рафинированном дезодорированном масле. Исключением является сырое масло из рисовых отрубей содержание воска, в котором может составлять от 1500 до 2000 мг/кг при схожем с подсолнечником составом восков.

9.4.3.2.1 Масло из рисовых отрубей

Массовую долю воска w_t, мг/кг масла, рассчитывают по формуле

$$w_t = \frac{F_r\left(A_{\geq C_{42}} m_{IS}\right)}{A_{IS}\, m}, \quad (3)$$

где F_r — фактор отклика (9.4.2);
$A_{\geq C_{42}}$ — общая площадь пиков восков с числом атомов углеродов в цепи C_{42} и более;
A_{IS} — площадь пика гексатриаконтана;
m_{IS} — масса внутреннего стандарта, добавленного в масло, мкг;
m — масса масла, г.

9.4.3.2.2 Другие масла (соевое, рапсовое и кукурузное)

Массовую долю воска w_t, мг/кг масла, рассчитывают по формуле

$$w_t = \frac{F_r\left[A_{>C_{44}} + (1+k)\,A_{C_{44}}\right] m_{IS}}{A_{IS}\, m}, \quad (4)$$

где F_r — фактор отклика (9.4.2);
$A_{>C_{44}}$ — общая площадь пиков восков с числом атомов углеродов в цепи более C_{44};
$A_{C_{44}}$ — площадь пика воска C_{44};
A_{IS} — площадь пика гексатриаконтана;
k — эмпирический коэффициент, k = 0,5 (см. [5]);
m_{IS} — масса внутреннего стандарта, добавленного в масло, мкг;
m — масса масла, г.

Примечание — В соевом масле сумма пиков, относящихся ко всем воскам, может создать сложности, приведя к очень высокому содержанию этих составляющих.

10 Точность

10.1 Результаты межлабораторных испытаний

Результаты межлабораторных испытаний по определению точности метода приведены в приложении В. Значения, полученные на основании этих межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам значений и матрицам, отличным от приведенных.

10.2 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 предела повторяемости r, приведенное в таблице В.1.

10.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода, на идентичном испытуемом материале, в разных лабораториях, разными операторами, на различном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать значение предела воспроизводимости *R*, приведенное в таблице В.1.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод анализа вместе со ссылкой на настоящий стандарт;

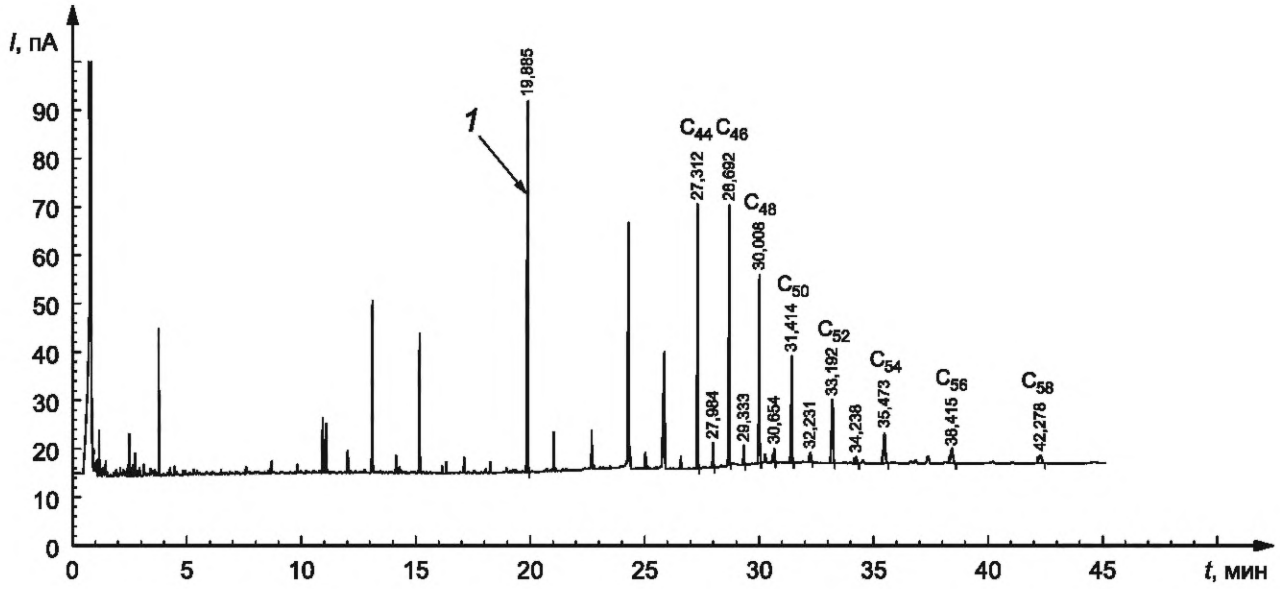
d) все подробности, не указанные в этом стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также данные о любых инцидентах, которые могли повлиять на результаты анализа;

e) полученные результаты анализа;

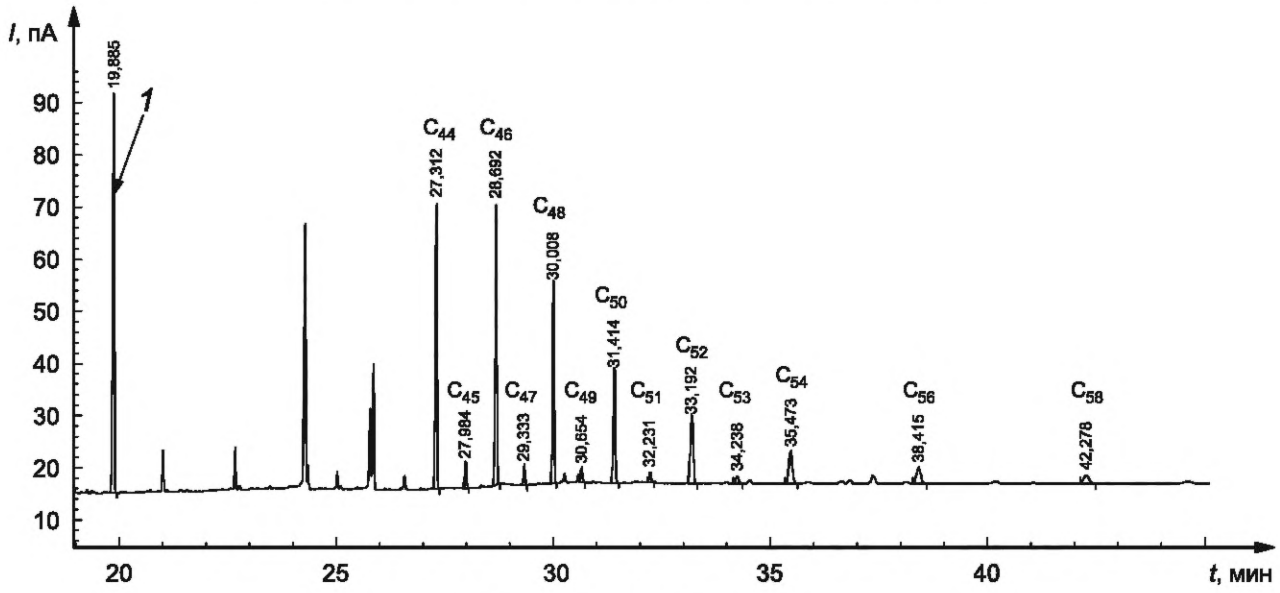
f) или окончательный результат, если соблюдены условия повторяемости.

Приложение А
(справочное)

Хроматограммы



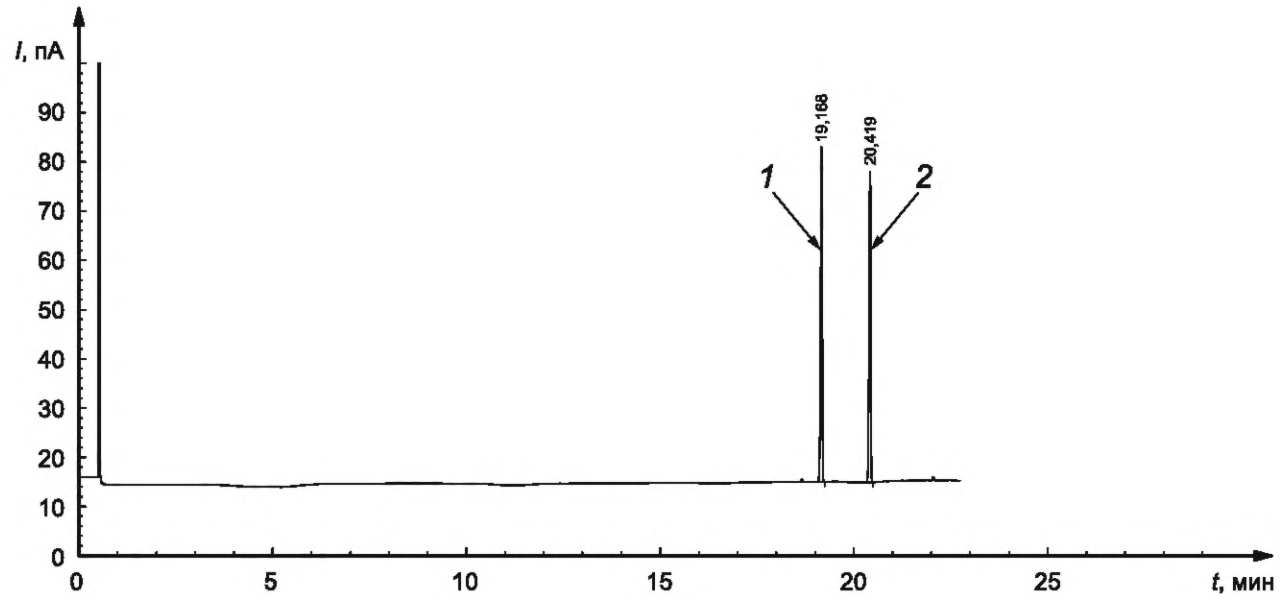
a) Хроматограмма А. Полный газовый хроматографический профиль



b) Хроматограмма В. Увеличение

I — отклик; *t* — время;
1 — раствор внутреннего стандарта гексатриаконтана, 0,1 мг/см^3 в н-гептане

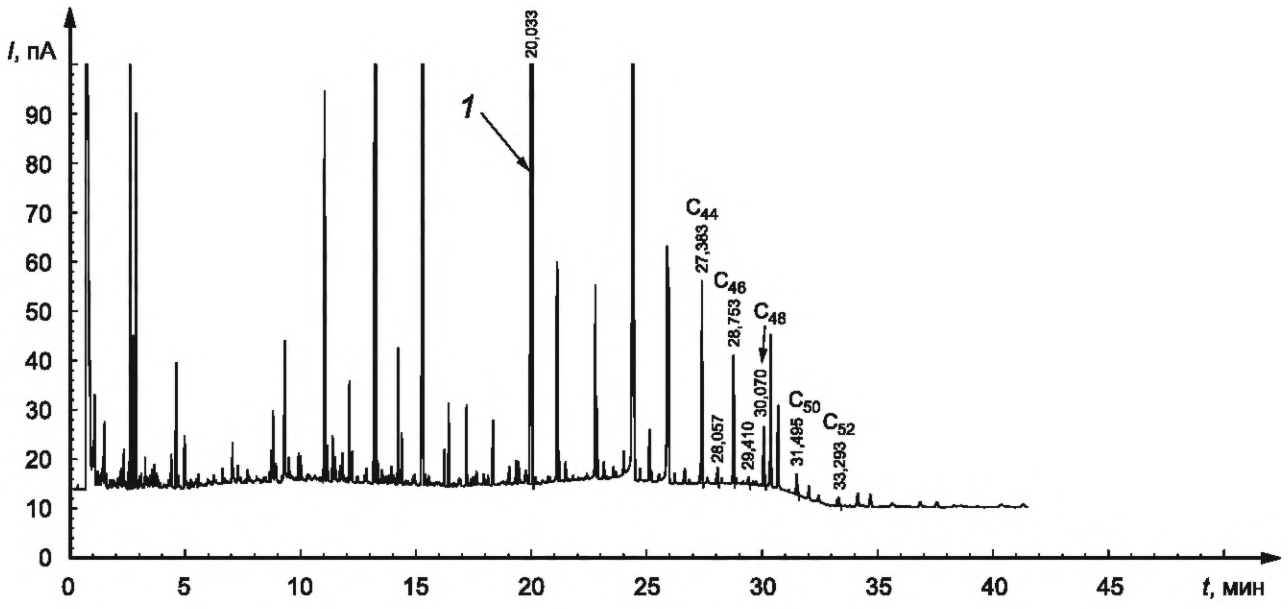
Рисунок А.1 — Пример стандартной хроматограммы состава воска сырого подсолнечного масла



I — отклик; *t* — время;
1 — раствор внутреннего стандарта гексатриаконтана, 1 мг/см^3 в н-гептане; *2* — стеарил стеарат, 1,032 мг/см^3 в хлороформе

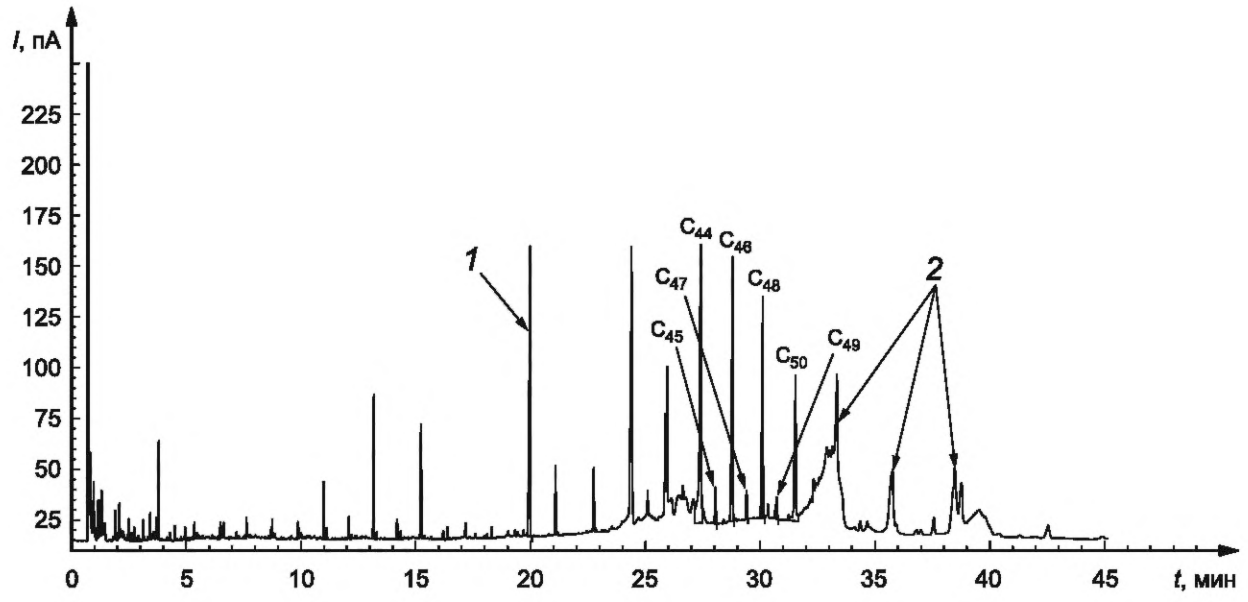
Примечание — В данном случае фактор отклика составит: F_r = 1,09.

Рисунок А.2 — Стандартная хроматограмма определения фактора отклика



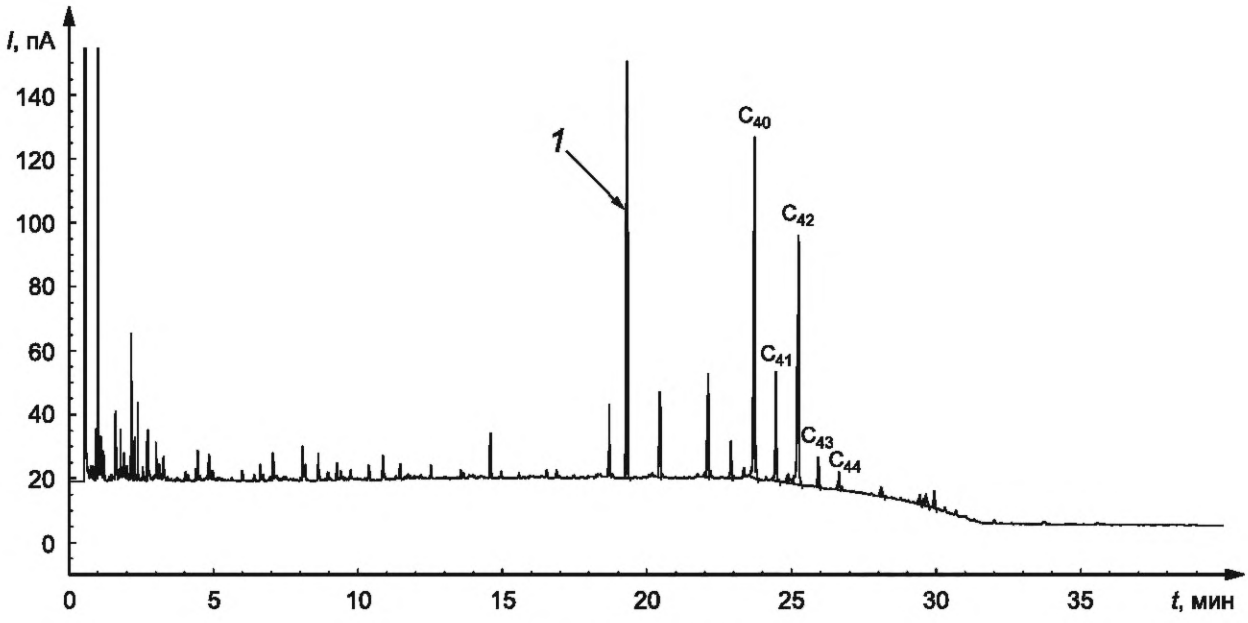
I — отклик; *t* — время;
1 — раствор внутреннего стандарта гексатриаконтана, 1 мг/см^3 в н-гептане

Рисунок А.3 — Стандартная хроматограмма состава воска, вымороженного полностью рафинированного подсолнечного масла



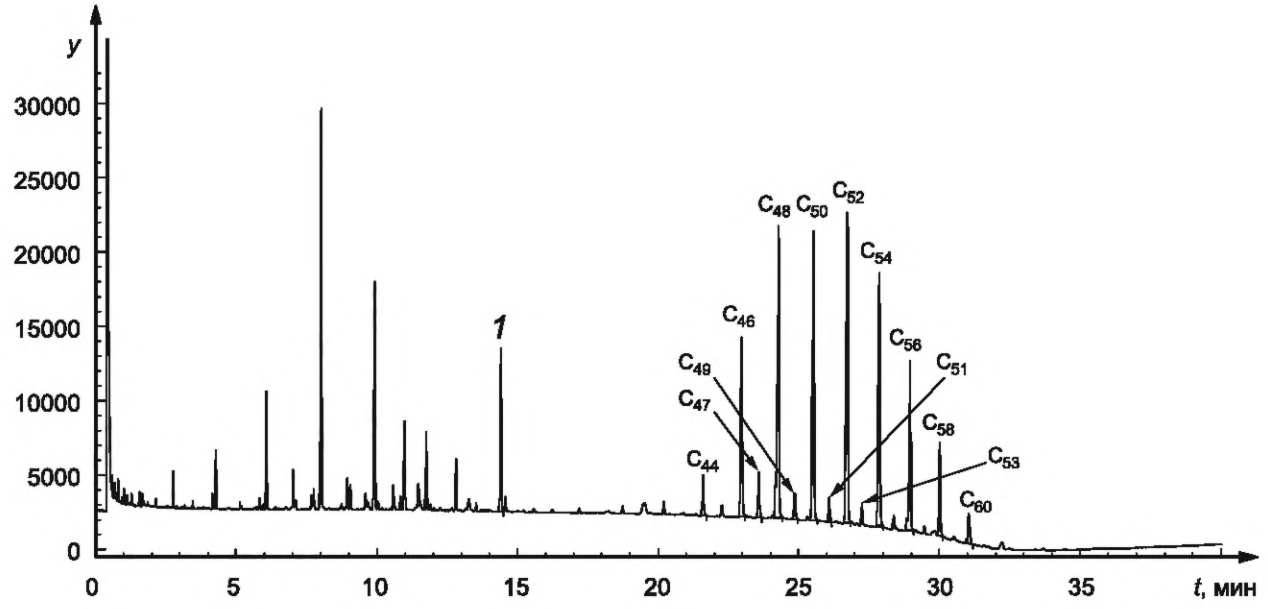
I — отклик; *t* — время;
1 — раствор внутреннего стандарта гексатриаконтана, 1 мг/см^3 в н-гептане; *2* — триглицериды

Рисунок А.4 — Стандартная хроматограмма состава элюированного воска сырого подсолнечного масла с триглицеридами



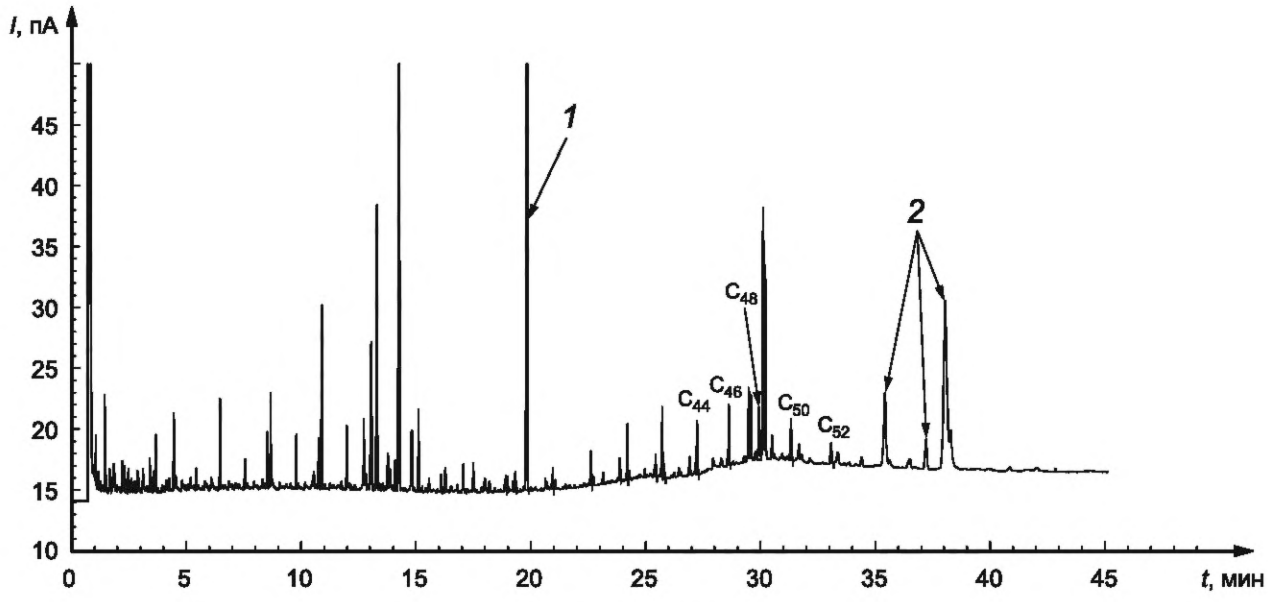
I — отклик; *t* — время;
1 — раствор внутреннего стандарта гексатриаконтана, 1 мг/см^3 в н-гептане

Рисунок А.5 — Стандартная хроматограмма состава воска соевого масла



y — отклик; *t* — время;
1 — раствор внутреннего стандарта гексатриаконтана, 1 мг/см^3 в н-гептане

Рисунок А.6 — Стандартная хроматограмма состава воска масла из рисовых отрубей



I — отклик; *t* — время;
1 — раствор внутреннего стандарта гексатриаконтана, 1 мг/см^3 в н-гептане; *2* — триглицериды

Рисунок А.7 — Стандартная хроматограмма состава воска кукурузного масла

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Международное совместное испытание при участии семи лабораторий в четырех странах было проведено на восьми образцах (четыре дублирующих образца).

Полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с ISO 5725-1 [2] и ISO 5725-2 [3] для предоставления точных данных, приведенных в таблице В.1.

Таблица В.1 — Статистическая оценка совместного испытания

Показатель	Образцы разных видов подсолнечного масла							
	Сырое масло, невымороженное		Рафинированное и 10 % сырого масла, вымороженное		Отбеленное и сырое масло, невымороженное		Рафинированное масло, вымороженное	
Количество участвующих лабораторий	7	7	7	7	7	7	7	7
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	7	7	7	7	7	7	7	7
Количество результатов испытаний во всех оставшихся лабораториях	2	2	2	2	2	2	2	2
Среднее значение $\overline{w}_t$, мг/кг	406,9	379,6	107,8	100,4	241,0	241,6	39,6	37,0
Стандартное отклонение повторяемости s_r, мг/кг	21,4	9,9	17,2	6,8	9,09	9,1	1,9	3,2
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	5	3	16	7	4	4	5	9
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), мг/кг	59,8	27,6	48,3	19,1	24,4	25,6	5,4	8,9
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	66,6	61,0	22,6	26,7	49,9	30,6	12,1	10,9
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	16	16	21	27	21	13	31	29
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), мг/кг	186,5	170,8	63,2	74,7	139,6	85,8	33,8	30,4

Приложение С
(справочное)

Приготовление стандарта кристаллического воска подсолнечника

С.1 Реактивы и материалы

Во время анализа, если не указано иное, используют только реактивы признанной аналитической чистоты, пригодные для колоночной хроматографии ВЭЖХ.

С.1.1 н-Гексан.

С.1.2 Дихлорметан.

С.1.3 Ацетон.

С.1.4 Фильтровальная бумага для количественного анализа, 80 г/м^2.

С.1.5 Отработанный фильтровальный порошок после вымораживания подсолнечного масла, фильтровальный порошок вместе с маслом и воском, массовая доля масла от 50 % до 70 %.

С.1.6 Масло подсолнечное, высушенное, гидратированное с содержанием воска не менее 500 мг/кг.

С.1.7 Фильтровальный порошок, Clarcel[4], Perfil[4] или любой другой аналог.

С.1.8 Отбельная глина, активированная кислотой.

С.2 Оборудование

С.2.1 Магнитная мешалка.

С.2.2 Стеклянная воронка диаметром 120 мм.

С.2.3 Круглодонная колба вместимостью 500 см^3.

С.2.4 Круглодонная колба вместимостью 2000 см^3.

С.2.5 Лабораторный стакан вместимостью 1000 см^3.

С.2.6 Коническая колба Эрленмейера вместимостью 500 см^3.

С.2.7 Вакуумный роторный испаритель.

С.2.8 Воронка Бюхнера с внутренним диаметром 80 мм.

С.3 Проведение анализа

С.3.1 Метод получения воска подсолнечника из отработанного фильтровального порошка

С.3.1.1 Подготовка пробы

Взвешивают 100 г отработанного фильтровального порошка (фильтровальный остаток при вымораживании подсолнечного масла) (С.1.5), добавляют 350 см^3 н-гексана (С.1.1) и перемешивают на магнитной мешалке (С.2.1) в течение 1 ч. После разделения фаз декантируют верхний слой н-гексана, содержащий масло. Дают постоять остатку в вентилируемом вытяжном шкафу для испарения н-гексана.

С.3.1.2 Экстракция воска

К остатку отработанного фильтровального порошка (С.3.1.1) добавляют 100 см^3 дихлорметана (С.1.2) и перемешивают в течение 10 мин. После разделения слоев отфильтровывают через фильтровальную бумагу (С.1.4) в круглодонную колбу (С.2.3), промывают остаток дополнительно 300 см^3 дихлорметана. Выпаривают растворитель на вакуумном роторном испарителе (С.2.7). Остаток содержит воск.

С.3.1.3 Очистка воска

К выделенной фракции воска (С.3.1.2) добавляют 60 см^3 ацетона (С.1.3), переливают в лабораторный стакан (С.2.5), перемешивают в течение 5 мин на магнитной мешалке (С.2.1) и оставляют, пока не произойдет разделение фаз. Верхний слой отфильтровывают через фильтровальную бумагу (С.1.4), дополнительно к осадку добавляют 60 см^3 ацетона и повторяют всю процедуру не менее четырех или пяти раз. После последней промывки выливают весь остаток на фильтровальную бумагу, промывают его 50 см^3 ацетона и удаляют остатки растворителя в вентилируемом вытяжном шкафу.

Чтобы удалить любые следы частиц фильтровального порошка, выделенный воск растворяют в дихлорметане, отфильтровывают через фильтровальную бумагу (С.1.4), промывают фильтровальную бумагу дихлорметаном, выпаривают растворитель на вакуумном роторном испарителе (С.2.7) и просушивают воск в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

Чистоту воска можно проверить при помощи газовой хроматографии.

Примечание — Пример стандартного состава воска подсолнечника, полученного по этому методу (см. таблицу С.1), зависит от технологических условий, в которых был получен отработанный фильтровальный порошок.

---

[4] Коммерчески доступный продукт. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой данного продукта со стороны ISO.

С.3.2 Метод получения воска подсолнечника из гидратированного подсолнечного масла

С.3.2.1 Подготовка пробы

Взвешивают 1000 г высушенного рафинированного подсолнечного масла (С.1.6) в круглодонную колбу (С.2.4), оборудованную магнитной мешалкой (С.2.1), нагревают при пониженном давлении (10 кПа) до 70 °С, отключают вакуум после достижения необходимой температуры, добавляют 2 % отбельной глины (С.1.8), повторно включают вакуум, нагревают до 100 °С при пониженном давлении с помощью механического перемешивания и выдерживают в этих условиях в течение 30 мин. Охлаждают при пониженном давлении, отключают вакуум и отфильтровывают содержимое колбы через воронку Бюхнера (С.2.8), используя фильтровальную бумагу (С.1.4) со слоем 20 мм фильтровального порошка (С.1.7).

С.3.2.2 Экстракция воска

Отбеленное масло переливают в стеклянную емкость с завинчивающейся крышкой, закрывают и хранят в холодильнике при температуре (0 ± 2) °С не менее двух дней. Кристаллический воск выпадает в осадок на дно емкости. Декантируют верхний слой (чистое масло), остаток нагревают до 130 °С, гомогенизируют и взвешивают навеску 20 г в стеклянную колбу. Добавляют 50 $см^3$ ацетона (С.1.3), перемешивают 5 мин на магнитной мешалке, позволяют фазам разделиться, декантируют верхнюю фазу и пропускают ее через фильтровальную бумагу (С.1.4).

Дополнительно добавляют в нижнюю фазу 50 $см^3$ ацетона и повторяют процедуру из предыдущего абзаца пять или шесть раз.

После последней промывки помещают весь остаток воска на фильтровальную бумагу и промывают 30 $см^3$ ацетона, удаляют остатки растворителя в вентилируемом вытяжном шкафу. Проверяют чистоту и состав методом газовой хроматографии.

Примечание — Пример стандартного состава воска подсолнечника, полученного из рафинированного подсолнечного масла, приведен в таблице С.2.

Таблица С.1 — Два примера стандартного состава воска подсолнечника, полученного из отработанного фильтровального порошка

Состав воска	С этапом предварительного удаления восков, % массовой доли	Без этапа предварительного удаления восков, % массовой доли
C_{42}	5,3	5,9
C_{43}	0,7	0,9
C_{44}	19,7	23,3
C_{45}	1,9	2,0
C_{46}	22,0	23,3
C_{47}	1,8	1,5
C_{48}	15,1	14,9
C_{49}	1,2	1,0
C_{50}	9,7	8,9
C_{51}	1,0	0,8
C_{52}	8,8	7,2
C_{53}	0,9	0,7
C_{54}	5,3	4,3
C_{55}	0,6	0,4
C_{56}	3,1	2,4
C_{57}	—	0,3
C_{58}	1,8	1,4
C_{59}	—	—
C_{60}	1,1	0,8

Таблица С.2 — Пример стандартного состава воска подсолнечника, полученного из гидратированного подсолнечного масла

Состав воска	Содержание, % массовой доли
C_{42}	2,3
C_{43}	0,5
C_{44}	15,1
C_{45}	1,6
C_{46}	21,1
C_{47}	1,5
C_{48}	16,6
C_{49}	1,2
C_{50}	11,2
C_{51}	1,1
C_{52}	10,1
C_{53}	1,1
C_{54}	6,6
C_{55}	0,7
C_{56}	4,0
C_{57}	0,5
C_{58}	2,5
C_{59}	0,3
C_{60}	1,6

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственым стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 661	IDT	ГОСТ ISO 661—2016 «Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] ISO 5555 Animal and vegetable fats and oils — Sampling
(Жиры и масла животные и растительные. 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. Общие принципы 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 standard measurement method
[Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения]

[4] ISO 7712 Laboratory glassware — Disposable Pasteur pipettes
(Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки Пастера одноразового применения)

[5] HENON, G. Chromatographic determination of waxes in sunflower oil. Rev. Fr. Corps Gras 1986, 33, pp. 475—482

[6] RECSEG K., KEMÉNY Z., KÖVÁRI K., DENISE J. Investigation of non-glyceridic esters of vegetable oils. In: KOSOGLU S.S., RHEE K.C., WILSON R.F., editors. Proceedings of the World Conference on Oilseed and Edible Oils Processing. Champaign, IL: AOCS Press, 1998, Vol. II, pp. 342—345

[7] HENON G., RECSEG K., KÖVÁRI K. Wax analysis of vegetable oils using liquid chromatography on a double-adsorbent layer of silica gel and silver nitrate-impregnated silica gel. J. Am. Oil Chem. Soc. 2001, 78, pp. 401—410

* Заменен на ISO 5725-1:2023.

** Заменен на ISO 5725-2:2019.

УДК 665.3:006.354 МКС 67.200.10 IDT

Ключевые слова: жиры растительные, масла растительные, содержание воска

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 25.11.2024. Подписано в печать 17.12.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru