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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO/TS 22115— 2025

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Разделение классов липидов с помощью капиллярной газовой хроматографии (метод «отпечатка пальцев»)

(ISO/TS 22115:2021, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

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 30 сентября 2025 г. № 189-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
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 октября 2025 г. № 1176-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO/TS 22115—2025 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 мая 2026 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 22115:2021 «Жиры и масла животные и растительные. Разделение классов липидов с помощью капиллярной газовой хроматографии (метод «отпечатка пальцев»)» [«Animal and vegetable fats and oils — Separation of lipid classes by capillary gas chromatography (fingerprint method)», 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) в сотрудничестве с Техническим комитетом CEN/TC 307 «Семена масличных культур, растительные и животные жиры и масла и их побочные продукты. Методы отбора проб и анализ» Европейского комитета по стандартизации (CEN) в соответствии с Соглашением о техническом сотрудничестве между ISO и CEN (Венское соглашение).

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, 2021
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025



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 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 2
6 Оборудование 2
7 Пробы 3
8 Проведение испытания 3
9 Результаты испытания 5
10 Точность 6
11 Протокол испытаний 7
Приложение А (справочное) Типовые хроматограммы 8
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторного испытания 18
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 23
Библиография 23

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Разделение классов липидов с помощью капиллярной газовой хроматографии (метод «отпечатка пальцев»)

Animal and vegetable fats and oils.
Separation of lipid classes by capillary gas chromatography (fingerprint method)

Дата введения — 2026—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод полуколичественного анализа образцов животных и растительных жиров и масел, и масло-/жиросодержащих продуктов (жировые погоны дезодорации).

Применяется для идентификации масел, жиров и масло-/жиросодержащих продуктов с целью получения информации об основных (например, триглицеридах) и второстепенных (например, стеролах, эфирах стеролов, токоферолах, эфирах восков, жирных спиртах, глицерине) компонентах в рамках одного анализа. Для проведения достоверного количественного анализа заранее определенных классов соединений лучше использовать специальные методы.

Данный метод также может быть использован в качестве эффективного инструмента качественной идентификации для относительного сравнения составов образцов.

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 Термины и определения

В настоящем стандарте отсутствуют термины и определения.

4 Сущность метода

Гидроксилированные соединения превращаются в силильные производные. Данная реакция не влияет на неполярные (негидроксилированные) соединения, также присутствующие в образце. Подготовленный образец анализируют методом газовой хроматографии (ГХ) на высокотемпературной капиллярной колонке с малой толщиной пленки, с инжектором для ввода проб непосредственно в колонку и пламенно-ионизационным детектором.

Для количественного определения используют внутренние стандарты (1,2,3-тридеканоилглицерол), а коэффициенты отклика вычисляют по стандартному веществу для каждого класса соединений.

Издание официальное

5 Реактивы

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 степени чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Смесь реагентов для силилирования: метилимидазол (CAS 616-47-7) и N-метил-N-триметилсилилгептафторбутирамид (MSHFBA) (CAS 53296-64-3).

Готовят смесь реагентов для силилирования: 1 см^3 MSHFBA + 50 мм^3 метилимидазола.

Примечание — Запрещается хранить данную смесь более одной недели по причине гигроскопичности. Силильные производные крайне чувствительны к влаге.

5.2 Стандартные вещества[1)].

5.2.1 Олеиновая кислота (CAS 112-80-1).

5.2.2 1-моноолеин (CAS 111-03-5).

5.2.3 1,3-диолеин (CAS 2465-32-9).

5.2.4 Триолеин (CAS 122-32-7).

5.2.5 Тридеканоилглицерол (CAS 621-71-6).

5.2.6 Эйкозанол (CAS 629-96-9).

5.2.7 α-токоферол (CAS 10191-41-0), γ-токоферол (CAS 54-28-4), δ-токоферол (CAS 119-13-1).

5.2.8 Холестерол (CAS 57-88-5).

5.2.9 Холестерол пальмитат (CAS 601-34-3).

5.2.10 Сквален (CAS 111-02-4).

5.2.11 Смесь растительных стеролов[2)] (CAS 474-67-9, 474-62-4, 83-48-7, 83-46-5).

5.3 Изооктан, чистота 99 % минимум, для анализа следовых количеств органических веществ.

5.4 Хлороформ для хроматографии.

6 Оборудование

Используют стандартное лабораторное оборудование, в том числе перечисленное ниже.

6.1 Мерная колба вместимостью 100 и 10 см^3.

6.2 Термостат, позволяющий поддерживать температуру (103 ± 1) °С.

6.3 Конические стеклянные виалы вместимостью 10 см^3.

6.4 Газовый хроматограф для капиллярных колонок, оснащенный инжектором для ввода проб непосредственно в колонку или эквивалентным устройством, с программируемой температурой термостата хроматографической колонки и пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

6.5 Капиллярная колонка из плавленого кварца, с возможностью программирования до 400 °С («высокотемпературный» тип), для которой рекомендуются следующие характеристики: 100 % диметилполисилоксана или 95 % диметил/5 % дифенилполисилоксана неподвижной фазы, длина 30 м, внутренний диаметр 0,32 мм или 0,25 мм, толщина пленки 0,1 мкм. Допускается использование других колонок с аналогичной полярностью и селективностью.

6.6 Микрошприц вместимостью от 5 до 10 мм^3, предназначенный для введения на колонку в газовой хроматографии.

6.7 Лабораторные весы, точность взвешивания 0,001 г.

6.8 Ультразвуковая ванна.

6.9 Испаритель в токе азота.

[1)] Подходящие поставщики: Sigma-Aldrich (gost.e-ecolog.ru) или Larodan (gost.e-ecolog.ru Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой продукции данных поставщиков.

[2)] Подходящий поставщик: Larodan (gost.e-ecolog.ru Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой продукции данного поставщика.

7 Пробы

7.1 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.

7.2 Приготовление пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

8 Проведение испытания

8.1 Приготовление внутреннего стандарта, тридеканоилглицерола (5.2.5), *c* = 20 мг/см^3

Взвешивают 200 мг тридеканоилглицерола (5.2.5) в мерной колбе вместимостью 10 см^3, доводят до метки изооктаном (5.3).

8.2 Приготовление индивидуальных стандартных растворов для определения коэффициентов отклика

Для каждого вещества готовят стандартный раствор в изооктане (5.3) концентрацией 5 мг/см^3 (см. таблицу 1), чтобы определить коэффициент отклика для каждого класса соединений.

Таблица 1 — Список стандартных веществ для определения коэффициентов отклика

Определяемый класс соединений	Стандартные вещества
Спирты	Эйкозанол (5.2.6)
Свободные жирные кислоты	Олеиновая кислота (5.2.1)
Углеводороды	Сквалены (5.2.10)
Моноглицериды	Моноолеин (5.2.2)
Токоферолы	α-токоферол (5.2.7)
Стеролы	Холестерол (5.2.8)
Диглицериды	Диолеин (5.2.3)
Эфиры стеролов	Холестерол пальмитат (5.2.9)
Триглицериды	Триолеин (5.2.4)

8.3 Силилирование стандартных веществ

Добавляют 100 мм^3 раствора внутреннего стандарта, тридеканоилглицерола (5.2.5), *c* = 20 мг/см^3, и 200 мм^3 раствора индивидуального стандартного вещества (каждый компонент отдельно) в виалу для силилирования (6.3) и выпаривают растворитель досуха в токе азота (6.9). Добавляют 100 мм^3 смеси реагентов для силилирования (5.1). Выдерживают при температуре 103 °С в течение 15 мин в термостате (6.2), затем вносят 5 см^3 изооктана (5.3).

При приготовлении следующего раствора рекомендуется проверить точность метода (необязательно).

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 (6.1) взвешивают приблизительно 50 мг каждого стандартного вещества (5.2) с 50 мг раствора внутреннего стандарта, тридеканоилглицерола (5.2.5), и доводят до 100 см^3 хлороформом (5.4).

Такой раствор можно хранить при температуре окружающей среды в течение шести месяцев.

Чтобы раствор оставался однородным в течение долгого времени, перед использованием его необходимо поместить в ультразвуковую ванну на 10 мин.

Помещают в виалу для силилирования (6.3) 0,5 $см^3$ раствора и высушивают в токе азота (6.9). Добавляют 100 $мм^3$ смеси реагентов для силилирования (5.1). Выдерживают при температуре 103 °С в течение 15 мин в термостате (6.2), затем вносят 10 $см^3$ изооктана (5.3).

8.4 Приготовление пробы

Если образец имеет твердую консистенцию при комнатной температуре, необходимо полностью расплавить его в термостате при температуре 103 °С (6.2) и гомогенизировать.

8.5 Раствор пробы

В мерной колбе вместимостью 10 $см^3$ (6.1) взвешивают приблизительно 100 мг пробы. Добавляют ровно 1 $см^3$ раствора внутреннего стандарта (см. 8.1) и доводят до 10 $см^3$ изооктаном (5.3).

Если проба не полностью растворима в изооктане, вместо него можно использовать хлороформ или толуол.

8.6 Силилирование пробы

0,5 $см^3$ раствора пробы (см. 8.5) помещают в виалу для силилирования (6.3) и выпаривают растворитель досуха в токе азота (6.9). Добавляют 100 $мм^3$ смеси реагентов для силилирования (5.1). Выдерживают при температуре 103 °С в течение 15 мин в термостате (6.2), затем вносят 10 $см^3$ изооктана (5.3).

8.7 Газовая хроматография

Колонку устанавливают в газовый хроматограф и проверяют рабочие условия, вводя растворитель изооктан (5.3). Базовая линия должна быть прямой с небольшим положительным отклонением. Если отклонение велико, следует перейти к кондиционированию колонки. Если отклонение отрицательное, следует проверить соединения колонки.

Если колонка используется впервые, необходимо ее кондиционировать, нагревая ее в термостате с градиентом температуры до 370 °С (в зависимости от температуры термостата хроматографа, выбранной для анализа) в течение 4 ч. Температуру необходимо поддерживать в течение 2 ч.

В качестве предварительной колонки рекомендуется использовать пустую капиллярную колонку из плавленого кварца длиной 1 м и диаметром 0,5 мм. Условия для газового хроматографа, приведенные в таблице 2, дают приемлемые хроматограммы. Если инжектор позволяет использовать режим удаления растворителя, то рекомендуется его использовать.

Температурную программу и скорость потока газа-носителя оптимизируют таким образом, чтобы получить хроматограммы, аналогичные представленным на рисунках А.1—А.10.

Таблица 2 — Условия для газовой хроматографии

Функция	Условия
Колонка	HP1 (длина — 30 м, внутренний диаметр — 0,25 мм, толщина пленки — 0,10 мкм)
Температура термостата	Начальная температура — 60 °С, программируют со скоростью 20 °С/мин до 170 °С, 10 °С/мин до 360 °С (выдержка 10 мин)
Газ-носитель	Линейная скорость 87,7 см/с (используют газ-носитель H_2)
Температура детектора	370 °С
Инжектор	Ввод пробы непосредственно в колонку в режиме холодного инжектора *(Cold on-column)*
Объем вводимой пробы	1 $мм^3$ раствора, приготовленного в 8.6

8.8 Идентификация и интеграция пиков

Идентифицируют пики с помощью стандартного раствора, приготовленного по 8.2. Типичные хроматограммы представлены в приложении А. Относительное время удерживания определяемых классов соединений приведено в таблице 3.

Если интересующий класс соединений присутствует в виде одного пика, используют интегрирование по обычным критериям. Для различных классов соединений не всегда достигается их разделение, поскольку могут присутствовать некоторые минорные (второстепенные) соединения. В этом случае рекомендуется интегрировать группу пиков вместе или объединить в общую сумму.

Таблица 3 — Ориентировочное относительное время удерживания определяемых соединений или класса соединений

Относительное время удерживания (RRT) по отношению к тридеканоилглицеролу	Соединение или класс соединения
<0,53	Спирты (силильные производные)
0,57—0,63	Свободные жирные кислоты (силильные производные)
0,87	Сквален
0,82—0,86	Моноглицериды (силильные производные)
0,90	Дельта-токоферолы (силильные производные)
0,94	Гамма-токоферолы (силильные производные)
0,99	α-токоферолы (силильные производные)
0,98—1,05	Стеролы (силильные производные)
1,00	Тридеканоилглицерол (внутренний стандарт)
1,30—1,36	Диглицериды (силильные производные)
1,52—1,57	Эфиры стеролов
>1,72	Триглицериды

9 Результаты испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

9.1 Расчет коэффициента отклика

Рассчитывают коэффициент отклика F для каждого соединения, представляющего класс x, как указано в формуле

$$F_x = \frac{A_{IS} \cdot m_x}{m_{IS} \cdot A_x}, \quad (1)$$

где F_x — коэффициент отклика соединения x, связанного с классом X;

m_{IS} — масса тридеканоилглицерола (внутренний стандарт), мг;

m_x — масса стандартного вещества, взятого для приготовления индивидуального стандартного раствора x, мг;

A_{IS} — площадь пика тридеканоилглицерола (внутренний стандарт);

A_x — площадь пика стандартного вещества, взятого для приготовления индивидуального стандартного раствора x.

Примеры ориентировочных коэффициентов откликов приведены в таблице 4.

Если коэффициенты отклика сильно отличаются от приведенных в таблице 4, например, это может произойти в отношении сквалена, рекомендуется использовать альтернативный внутренний стандарт, химически сходный с рассматриваемым соединением.

Таблица 4 — Ориентировочные коэффициенты отклика стандартных веществ по отношению к тридеканоилглицеролу (внутренний стандарт)

Определяемый класс соединений	Стандартное вещество	Коэффициент отклика
Спирты	Эйкозанол	0,70
Свободные жирные кислоты	Олеиновая кислота	1,04
Углеводороды	Сквален	0,89
Моноглицериды	Моноолеин	1,19
Токоферолы	α-токоферол	0,90
Стеролы	Холестерол	0,75
Внутренний стандарт	Тридеканоилглицерол	1,00
Диглицериды	Диолеин	1,03
Эфиры стеролов	Холестерол пальмитат	1,05
Триглицериды	Триолеин	1,14

9.2 Количественный расчет

Массовую долю соединений из класса X рассчитывают по формуле (2)

$$w_x = \frac{F_x \cdot m_{IS} \cdot \sum A_x \cdot 100}{A_{IS} \cdot m}, \quad (2)$$

где w_x — массовая доля соединений класса X (мг/100 мг);
F_x — коэффициент отклика соединения x, для класса этого соединения;
m_{IS} — масса тридеканоилглицерола (внутренний стандарт), мг;
A_{IS} — площадь тридеканоилглицерола (внутренний стандарт);
$\sum A_x$ — сумма площадей соединений класса X;
m — масса пробы, мг.

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;

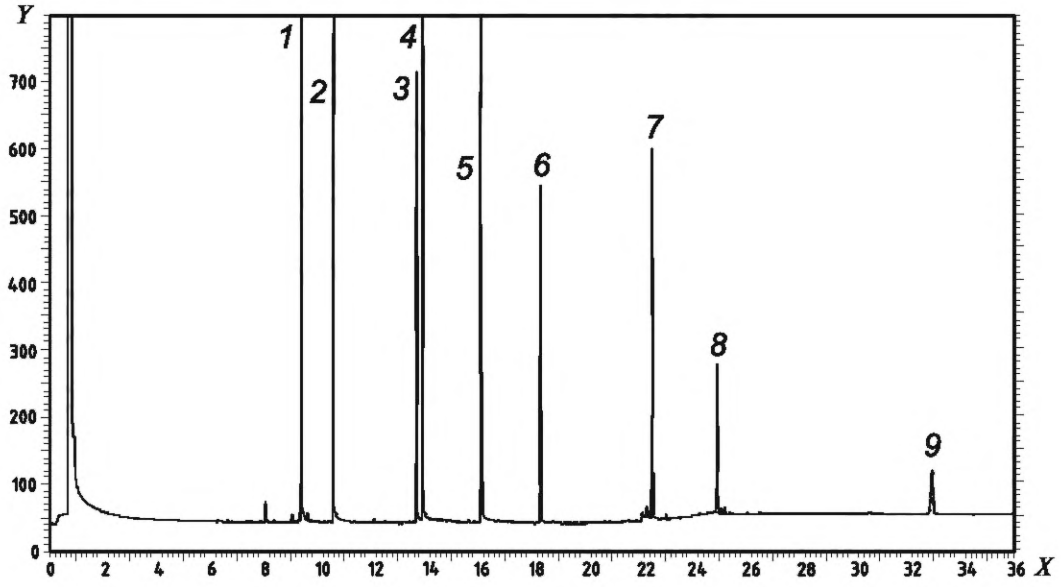
e) полученные результаты анализа;

f) или окончательный результат, если соблюдены условия повторяемости.

Приложение А
(справочное)

Типовые хроматограммы

См. примеры хроматограмм на рисунках А.1—А.10.

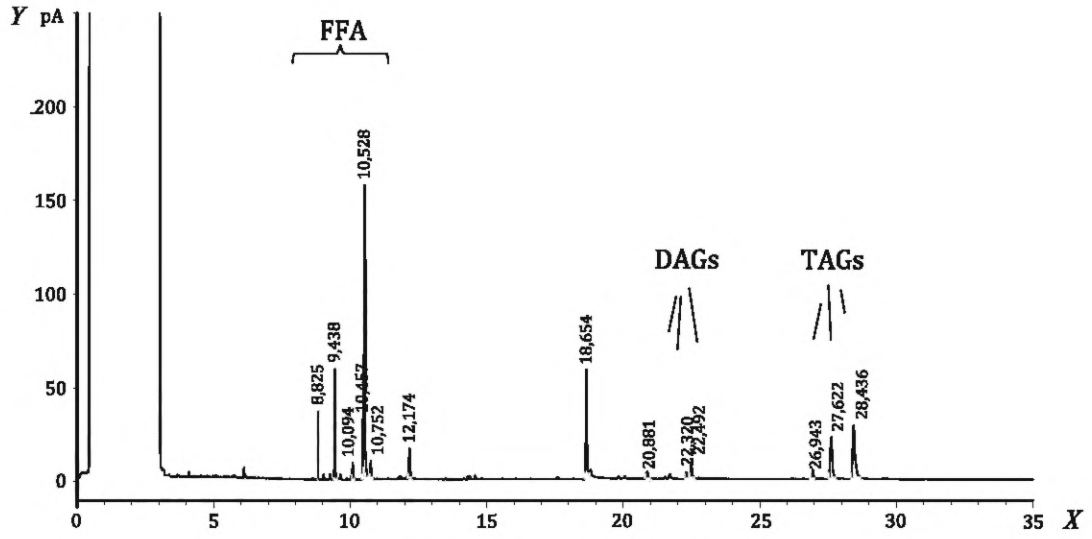


X — минуты; Y — мВ

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
9,387	Олеиновая кислота [1]	18,317	Тридеканоилглицерол (IS) [6]
10,593	Эйкозанол [2]	22,487	Диолеин [7]
13,683	Моноолеин [3]	24,917	Холестерол пальмитат [8]
13,933	Сквален [4]	32,940	Триолеин [9]
16,093	α-токоферол [5]		

Рисунок А.1 — Хроматограмма стандартного раствора

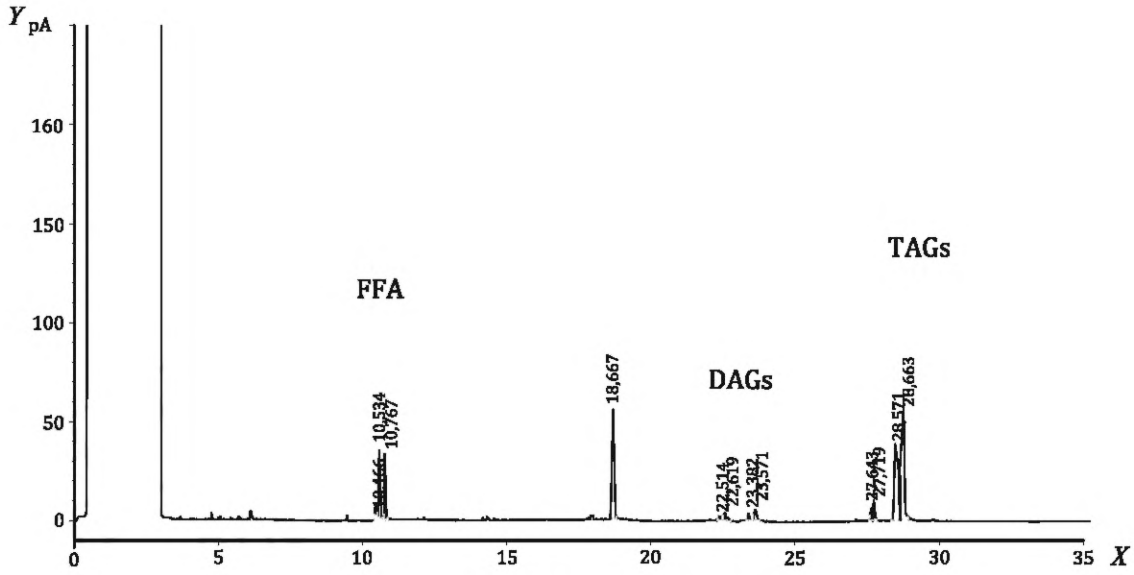


X — минуты; DAGs — диглицериды;
FFA — свободные жирные кислоты; TAGs — триглицериды

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
8,825	Миристиновая кислота	18,654	Тридеканоилглицерол (IS)
9,438	Пальмитиновая кислота	22,320—22,492	С18-диглицериды
10,528	Олеиновая кислота	26,943—28,436	Триглицериды
10,752	Стеариновая кислота		

Рисунок А.2 — Хроматограмма пробы оливкового масла из жмыха

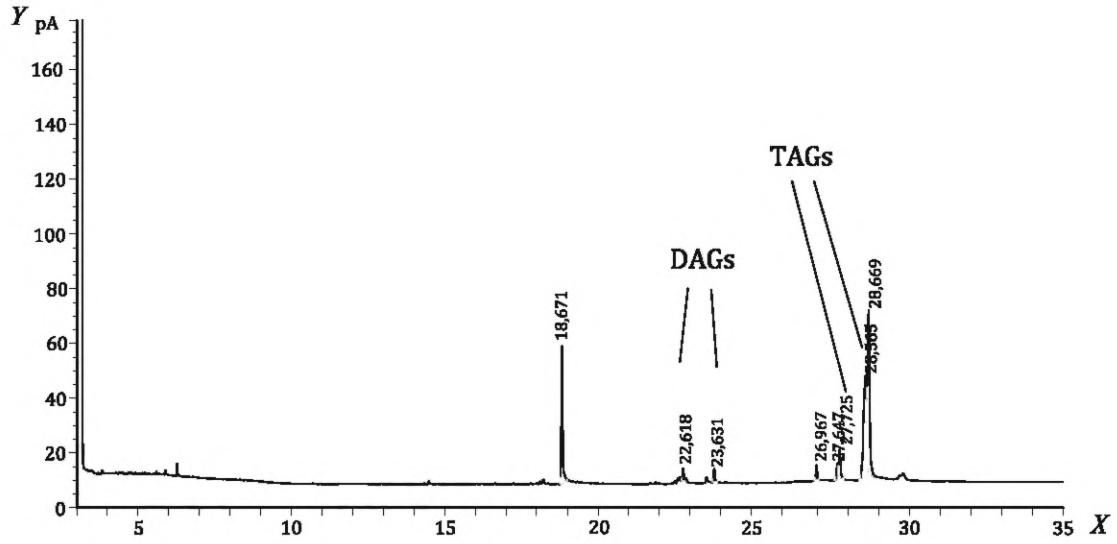


X — минуты; DAGs — диглицериды;
FFA — свободные жирные кислоты; TAGs — триглицериды

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
10,534	Олеиновая кислота	22,514—23,382	Диглицериды
10,767	Стеариновая кислота	27,643—28,663	Триглицериды
18,667	Тридеканоилглицерол (IS)		

Рисунок А.3 — Хроматограмма пробы сырого масла ши

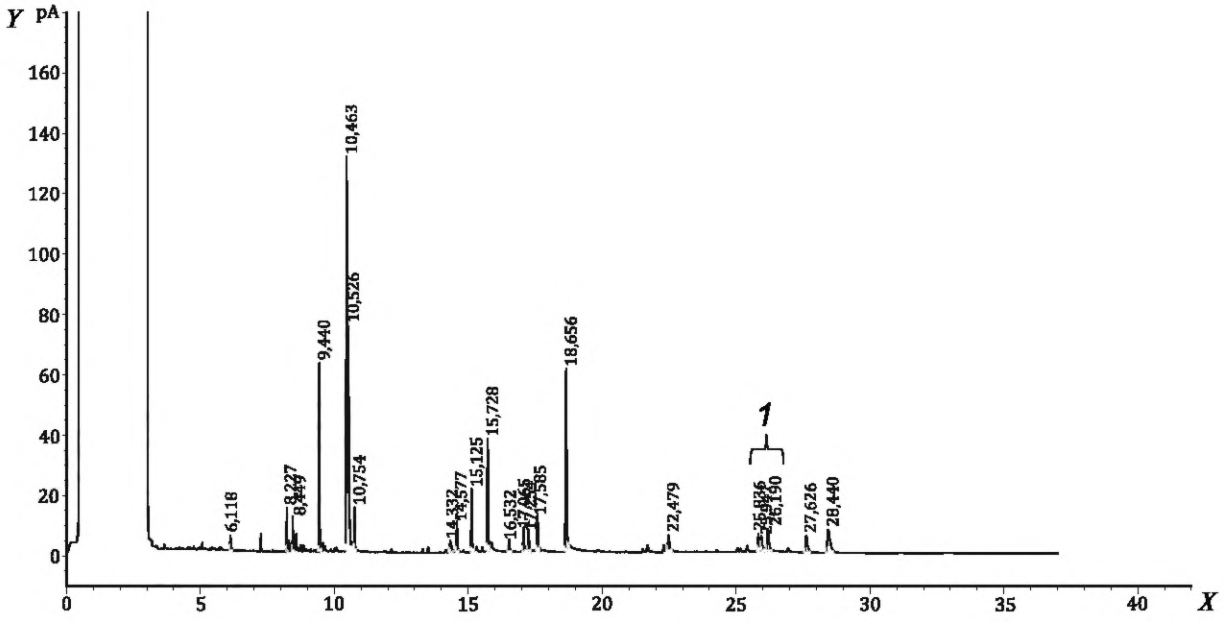


X — минуты; DAGs — диглицериды; TAGs — триглицериды

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
18,671	Тридеканоилглицерол (IS)	27,967—28,669	Триглицериды
22,618—23,631	Диглицериды		

Рисунок А.4 — Хроматограмма пробы рафинированного масла ши

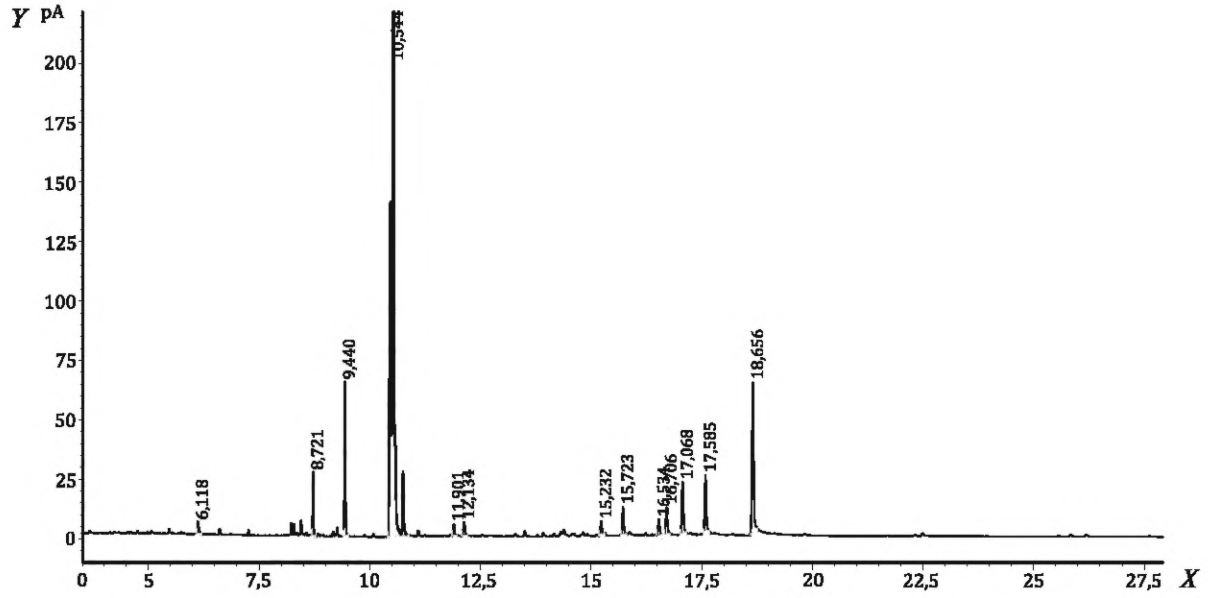


X — минуты; *1* — эфиры стеринов

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
9,440	Пальмитиновая кислота	17,065	Кампестерол
10,526	Олеиновая кислота	17,254	Стигмастерол
14,332	С18-моноглицериды	17,585	Бета-ситостерол
14,577	Сквалены	18,656	Тридеканоилглицерол (IS)
15,125	Дельта-токоферол	22,479	С18-диглицериды
15,728	Гамма-токоферол	25,836—26,190	Эфиры стеролов
16,532	Альфа-токоферол	28,440	С18-триглицериды

Рисунок А.5 — Хроматограмма пробы жировых погонов дезодорации соевого масла

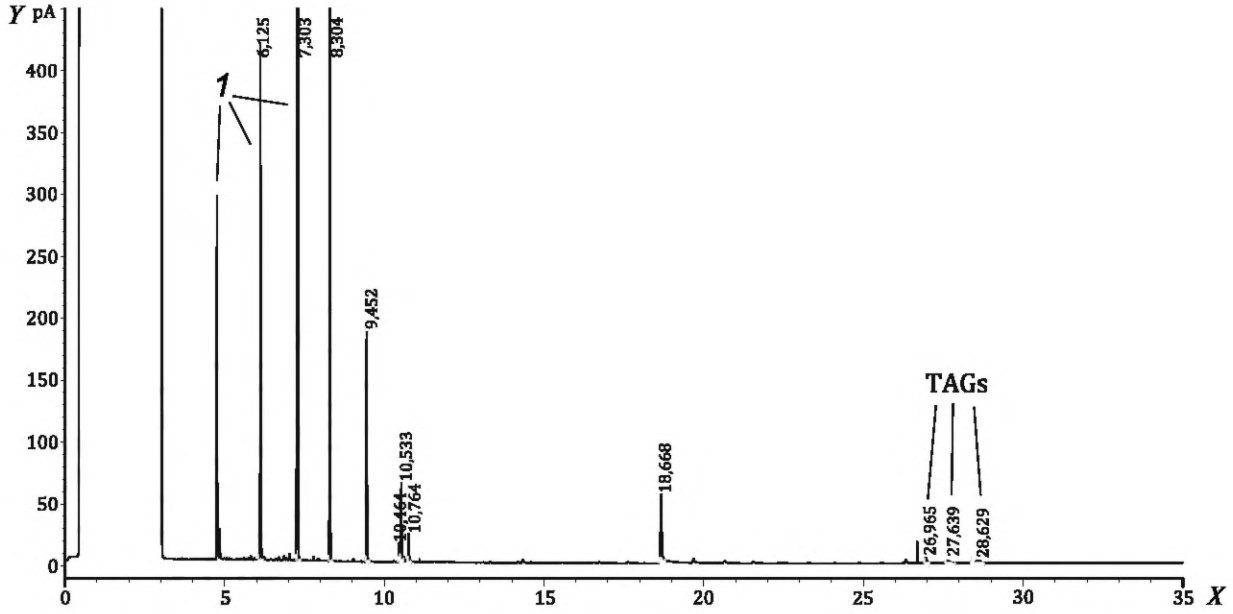


X — минуты

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
8,721	Миристиновая кислота	16,534	Альфа-токоферол
9,440	Пальмитиновая кислота	16,706	Брассикастерол
10,544	Олеиновая кислота	17,068	Кампестерол
15,232	Дельта-токоферол	17,585	Бета-ситостерол
15,723	Гамма-токоферол	18,656	Тридеканоилглицерол (IS)

Рисунок А.6 — Хроматограмма пробы жировых погонов дезодорации рапсового масла

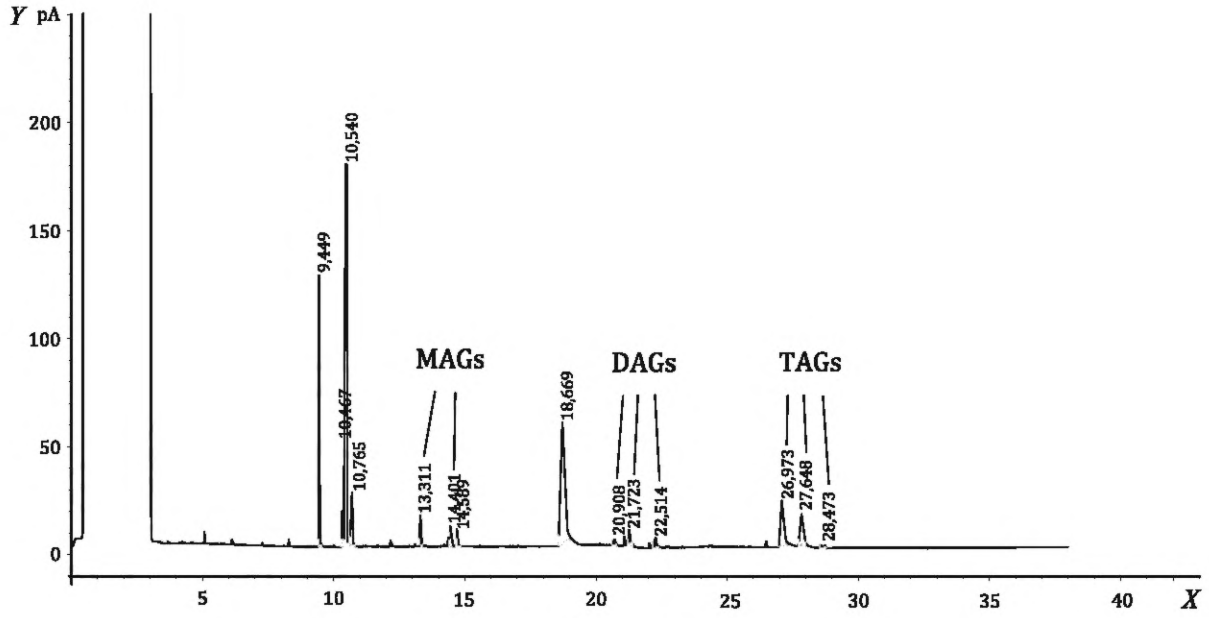


X — минуты; TAGs — триглицериды; *1* — жирные спирты

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
5,0—7,3	Жирные спирты	10,533	Олеиновая кислота
8,304	Лауриновая кислота	18,668	Тридеканоилглицерол (IS)
9,452	Пальмитиновая кислота	26,965—28,629	Триглицериды

Рисунок А.7 — Хроматограмма пробы жировых погонов дезодорации кокосового масла

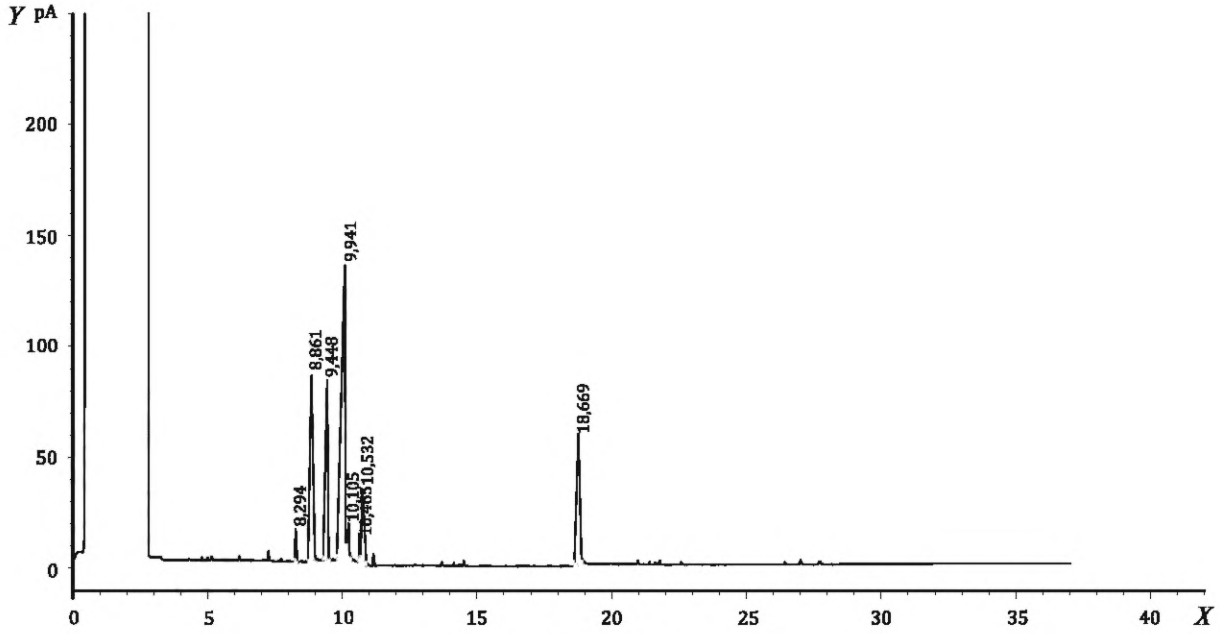


X — минуты; DAGs — диглицериды;
MAGs — моноглицериды; TAGs — триглицериды

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
9,449	Пальмитиновая кислота	14,589	Сквалены
10,540	Олеиновая кислота	18,669	Тридеканоилглицерол (IS)
13,311	С16-моноглицериды	20,908—22,514	Диглицериды
14,401	С18-моноглицериды	26,973—28,473	Триглицериды

Рисунок А.8 — Хроматограмма пробы жировых погонов дезодорации пальмового масла

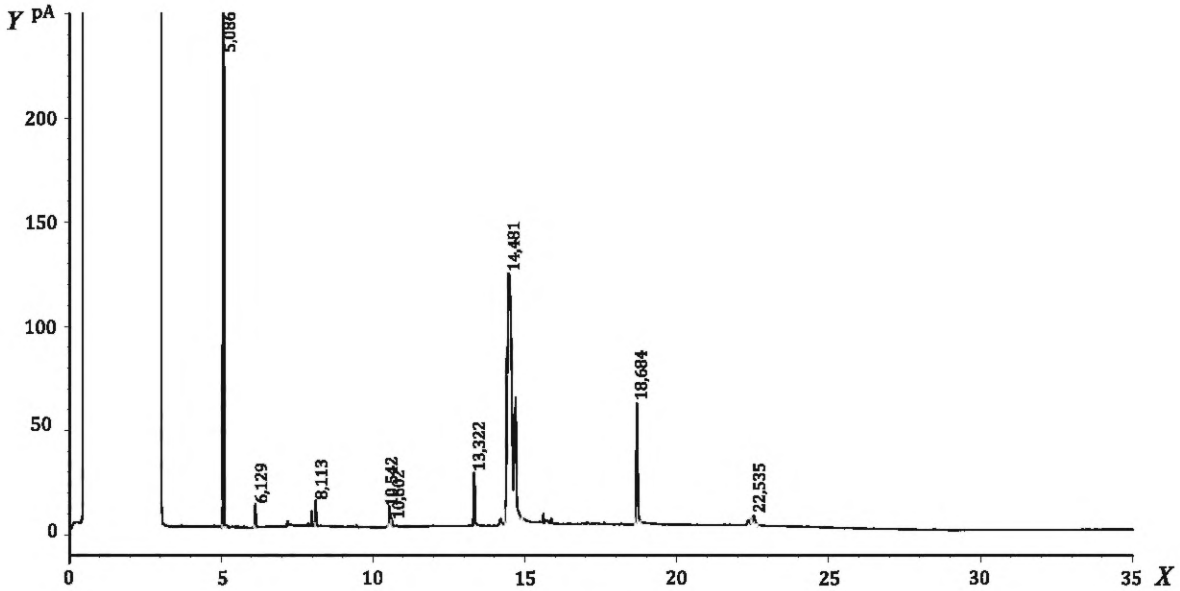


X — минуты

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
8,294	Лауриновая кислота	9,941	Стеариновая кислота
8,861	Миристиновая кислота	10,532	Олеиновая кислота
9,448	Пальмитиновая кислота	18,669	Тридеканоилглицерол (IS)

Рисунок А.9 — Хроматограмма пробы жировых погонов дезодорации пальмового олеина



X — минуты

Идентификация пиков:

Время удерживания (мин)	Соединение	Время удерживания (мин)	Соединение
8,113	Октадекан	14,481	С18-моноглицериды
10,542	Олеиновая кислота	18,684	Тридеканоилглицерол (IS)
13,322	С16-моноглицериды	22,535	С18-диглицериды

Рисунок А.10 — Хроматограмма пробы эмульгатора (содержание моноглицерида — 90 %)

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Международное совместное испытание при участии 6 лабораторий (из 19 подавших заявок) в 5 странах было проведено на пяти образцах масла. Испытание было организовано Инновационным Центром Bunge Katalin Kővári и полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии с ISO 5725-1 [2] и ISO 5725-2 [3] для предоставления точных данных, приведенных в таблицах В.1—В.9.

Таблица В.1 — Сводные статистические результаты свободных жирных кислот для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	6	6	6	5	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	5	6	6	5	5
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	57,00	58,77	16,52	1,24	71,43
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	4,03	4,75	1,37	0,12	0,72
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	7,07	8,09	8,29	9,63	1,01
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), %	11,29	13,31	3,83	0,33	2,01
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	7,49	7,57	1,48	1,40	6,47
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	13,13	12,89	8,95	112,93	9,06
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), %	20,96	21,20	4,14	3,92	18,12

Таблица В.2 — Сводные статистические результаты глицеролов (сумма моно-, ди- и триглицеролов) для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	6	6	6	6	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	5	6	6	5	5
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	8,14	6,57	7,62	18,60	7,72
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	1,02	0,23	0,60	3,74	3,54
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	12,57	3,53	7,88	20,10	45,91
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), %	2,87	0,65	1,68	10,46	9,92
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	3,67	2,68	3,41	8,12	12,81
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	45,09	40,86	44,78	43,67	166,05
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), %	10,28	7,51	9,55	22,74	35,88

Таблица B.3 — Сводные статистические результаты α-токоферолов для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	6	6	6	5	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	6	5	6	5	6
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	3,71	0,77	3,55	0,22	1,49
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,21	0,06	0,23	0,05	0,05
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	5,58	7,26	6,40	23,62	3,33
Предел повторяемости r (2,8s_r), %	0,58	0,16	0,64	0,15	0,14
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,92	0,62	0,93	0,09	0,43
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	24,74	80,55	26,11	42,61	28,61
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), %	2,57	1,74	2,60	0,26	1,19

Таблица B.4 — Сводные статистические результаты γ-токоферолов для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	6	6	6	6	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	6	6	6	4	5
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	0,16	3,31	20,59	0,93	2,32
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,01	0,50	1,38	0,63	0,37
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	3,69	15,06	6,71	67,68	16,02
Предел повторяемости r (2,8s_r), %	0,02	1,40	3,87	1,76	1,04
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,26	1,27	8,31	0,73	1,00
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	163,06	38,45	40,37	78,13	43,33
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), %	0,72	3,57	23,28	2,03	2,81

Таблица B.5 — Сводные статистические результаты δ-токоферолов для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	5	5	5	5	5
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	5	5	5	5	3
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	0,78	1,46	7,08	0,17	1,37
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,17	0,15	0,73	0,03	0,41
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	22,09	10,53	10,31	19,07	29,65
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), %	0,48	0,43	2,04	0,09	1,14
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,71	0,85	3,99	0,16	1,46
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	91,06	58,26	56,35	98,35	106,26
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), %	1,99	2,38	11,17	0,45	4,08

Таблица B.6 — Сводные статистические результаты брассикастерола для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	6	6	6	6	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	4	5	6	5	6
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	0,94	0,51	3,14	0,47	3,11
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,20	0,04	0,16	0,02	0,10
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	20,89	7,34	4,97	4,01	3,28
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), %	0,55	0,10	0,44	0,05	0,29
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,40	0,35	0,30	0,42	0,30
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	42,92	69,06	9,64	88,49	9,66
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), %	1,12	0,99	0,85	1,17	0,84

Таблица B.7 — Сводные статистические результаты кампестерола для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	6	6	6	6	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	4	5	6	5	6
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	0,94	0,51	3,14	0,47	3,11
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,20	0,04	0,16	0,02	0,10
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	20,89	7,34	4,97	4,01	3,28
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), %	0,55	0,10	0,44	0,05	0,29
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,40	0,35	0,30	0,42	0,30
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	42,92	69,06	9,64	88,49	9,66
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), %	1,12	0,99	0,85	1,17	0,84

Таблица B.8 — Сводные статистические результаты стигмастерола для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	5	5	5	5	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	5	5	5	4	5
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	0,95	0,33	2,66	0,33	0,66
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,03	0,03	0,15	0,02	0,09
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	3,31	9,37	5,63	4,99	13,11
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), %	0,09	0,09	0,42	0,05	0,24
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,05	0,09	0,24	0,07	1,56
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	5,58	27,85	9,18	20,02	235,98
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), %	0,15	0,26	0,68	0,18	4,38

Таблица B.9 — Сводные статистические результаты β-ситостеролов для образцов A—E

	Образец				
	A	B	C	D	E
Количество участвующих лабораторий N	6	6	6	6	5
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов n_p	6	6	6	6	5
Количество результатов единичных испытаний во всех лабораториях для каждой пробы n_z	2	2	2	2	2
Среднее значение $\bar{w}$, %	4,59	0,68	5,85	0,96	3,58
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,28	0,06	0,29	0,04	0,10
Коэффициент вариации повторяемости CV(r), %	6,20	9,18	4,93	3,82	2,68
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), %	0,80	0,18	0,81	0,10	0,27
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости s_R, %	0,66	0,07	1,10	0,28	0,31
Коэффициент вариации воспроизводимости CV(R), %	14,30	10,98	18,90	28,87	8,66
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), %	1,84	0,21	3,09	0,78	0,87

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным 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 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 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 измерения]

УДК 665.3:006.354 МКС 67.200.10 IDT

Ключевые слова: масла растительные, жиры животные, разделение классов липидов, метод «отпечатка пальцев»

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 13.10.2025. Подписано в печать 21.10.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,61.

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