ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ӨСІМДІКТІҢ ЖӘНЕ ЖАНУАРЛАРДЫҢ ТОҢ МАЙЫ МЕН МАЙЫ

Газ хроматографиясы әдісімен ұшпа органикалық ластаушы қоспаларды анықтау және бірдейлендіру

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение и идентификация летучих органических загрязняющих примесей методом газовой хроматографии

ҚР СТ ISO 15303-2012

(ISO 15303:2001, IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ӨСІМДІКТІҢ ЖӘНЕ ЖАНУАРЛАРДЫҢ ТОҢ МАЙЫ МЕН МАЙЫ

Газ хроматографиясы әдісімен ұшпа органикалық ластаушы қоспаларды анықтау және бірдейлендіру

ҚР СТ ISO 15303-2012

(ISO 15303:2001, IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» РМК және «Шикізаттар, материалдар, заттар және үймараттардың экологиялық қауіпсіздігі» стандарттау жөніндегі №71 техникалық комитеті **ДАЙЫНДАП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2012 жылғы 12 қазандағы № № 531/1-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ISO 15303:2001 Animal and vegetable fats and oils - Detection and identification of a volatile organic contaminant by GC/MS «Өсімдіктің және жануарлардың тоң майы мен майы. Газ хроматографиясы әдісімен ұшпа органикалық ластаушы қоспаларды анықтау және бірдейлендіру» халықаралық стандартына сәйкес.

Осы стандарт халықаралық стандартпен бірдей.

ИСО 15303:2001 халықаралық стандарты Тағам өнімдері, SC 11 Қосалқы комитетімен, Өсімдіктің және жануарлардың тоң майы мен майы ISO/TC 1466 техникалық комитетпен дайындалды.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

Осы ұлттық стандарт негізінде дайындалған (әзірленген), сілтемелер жасалған халықаралық стандарттардың ресми данасы Техникалық реттеу және метрология комитетінің нормативтік техникалық құралдардың бірыңғай мемлекеттік қорында сақталған.

Сәйкестік дәрежесі – бірдей (IDT)

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2017 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні – ай сайынғы «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған немесе ауыстырған (жойған) жағдайда, тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ӨСІМДІКТІҢ ЖӘНЕ ЖАНУАРЛАРДЫҢ ТОҢ МАЙЫ МЕН МАЙЫ
Газ хроматографиясы әдісімен ұшпа органикалық ластаушы қоспаларды анықтау және бірдейлендіру

Енгізілген күні 2014-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт өсімдіктің және жануарлардың тағамдық майларында ұшпа органикалық ластаушы қоспаларды анықтау және бірдейлендіру әдісін бекітеді.

Осы стандарт қоспалар түрінде қалдық мөлшерінде болатын өңделмеген және тазартылған тағамдық майларда ұшпа химиялық заттарды бірдейлендіру үшін қолданылады. Бұл әдіс ластанулардың шоғырлануын анықтауға мүмкіндік береді.

Осы стандарт тағамдық маймен немесе оның бір құрауышымен реакцияға түсетін ұшпа химиялық заттардың шоғырлануын табу үшін қолданылмайды. Ластаушы қоспалардың болуын табу мынадай сапалы әдістермен анықталуы мүмкін:

Осы стандарт тек қана ұшпа заттарды анықтау үшін қолданылады.

Осы әдіс мынадай топтарда химиялық заттарды анықтау үшін пайдаланылады:

- шекті (қоюландырылған) галогендер шығаратын көмірсутектер;
- қоюландырылмаған галогендер шығаратын көмірсутектер;
- күрделі эфирлер, альдегидтер, спирттер, аминдер, кетондар, эфирлер;
- циклді және ароматты қосылыстар;
- нитрогенді қосылыстар;
- акрилаттар және т.б.

Шоғырлануын өлшеу диапазоны 1 мг/кг ден 10 мг/кг дейін.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін келесі нормативтік құжаттарға сілтеме жасалуы тиіс. Мерзімі көрсетілген сілтемелер үшін тек қана осы сілтемелік құжатты қолдану керек, ал мерзімі көрсетілмеген сілтемелер үшін сілтемелік құжаттың соңғы басылымы қолданылуға тиіс (барлық өзгерістерімен қоса).

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік реттеу жүйесі. Халықаралық өңірлік ұлттық стандарттарды, және шет мемлекеттердің стандарттау жөніндегі басқа да нормативтік құжаттарын Қазақстан Республикасында қолдану тәртібі

ISO 661:2003* Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample - Preparation of test sample (Өсімдіктің және жануарлардың тоң майы мен майы. Сынауға арналған сынамаларды дайындау)

3 Әдістің мәні

Ұстау уақыты белгілі дейтеризделген химиялық заттары, заттардың тік пропорционалды шоғырлануынан алынатын, болжамдалған ластануларға жуықтап тең болатын шоғырлануға дейін жеткенше майға қосылады. Майдың сынамасын газды хроматографтың булағышына енгізеді. Ұшпа құрамдастары майдан буланып шығады және буландырғышта тұрады. Оны жылдам 160 °С дейін қыздырады және буландырғыштан шыққан ұшпа заттар газды хроматографтың бағанына түседі, бұл жерде

* * ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады

олардың қоспалары құрауыштарға бөлінеді (бірдейленеді), содан кейін газ-тасымалдауыштың тогындағы әрбір құрауыш масс-спекторға түседі, бұл жерде мөлшерлеп анықтаулар жүргізіледі.

4 Реактивтер

Дистилденген немесе қайта минералдандырылған суды, жалпы танылған сараптамалық топтардың реактивтерін пайдаланады.

4.1 Зерттелетін ластаушы қосылыстарға сәйкес келетін бақылау химиялық заттар (химиялық таза, бұдан әрі х.т.).

4.2 Метанол (талдау үшін таза, бұдан әрі т.ұ.т.)

4.3 Дейтерирленген ішкі стандарт - бензол, бензол этилі немесе нафталин ерітінділері (99,0 %).

4.4 Гелий, жоғары тазалықты, 99,9995 % төмен емес.

4.5 Май-тасымалдауыш - тазартылған, ағартылған, жер жаңғақ майының емес өсімдік майының иісінсіз, тұрақтылық деңгейі бірдей, бөгде органикалық қоспаларсыз.

5 Жабдықтар

Қарапайым зертханалық ыдыстар мен жабдықтар:

5.1 Газды хроматограф, қолданыстағы нормативтік құжаттарға сәйкес.

5.2 Масс-спектрометр, қолданыстағы нормативтік құжаттарға сәйкес.

5.3 Термодесорбер және буландырғышы бар криостат, қолданыстағы нормативтік құжаттарға сәйкес.

5.4 Жылжымайтын фазалы хроматографиялық тамшылатқыш баған, мысалы, метил полисилоксан OV101 немесе оның баламасы, ішкі диаметрі 0,32 мм, ұзындығы 50 м, жылжымайтын фазаның үлдір қалыңдығы 0,5 мкм.

5.5 Газды хроматограф/масс-спектрометр мынадай жағдайларда жұмыс істеуге бейім болуы керек:

а) криостаттаушы буландырғыш бағдарламасы:

- криостаттаушы буландырғыш температурасы төмен 40 °С тен жоғары 160°С дейін.

Буландырғыш 5 минут бойы төмен 40 °С температурада болады, содан кейін бірден жоғары 160°С дейін қыздырылады. Буландырғыш жоғары 160°С температурада 3 минут бойы тұрады.

b) Газды хроматограф бағандары термостатының температуралық бағдарламасы:

- бастапқы температура 50 °С, 5 минут бойы тұрады;
- қыздыру 7,5 °С-та 1 минутқа созылады;
- соңғы температура 250 °С, 5 минут бойы тұрады.

с) масс-спектрометрдің шарттары:

сканерлеу	секундына бір рет немесе одан да жиі сканерлеу;
шығу көзі	70 эВ, 200 °С, 100 мкА, 4 кВ.

d) газ-тасымалдауыш жылдамдығы:

баған	1 $см^3$/мин гелий;
сплит (ағымды бөлу)	5 $см^3$/мин.

5.6 Зертханалық миксер

5.7 Секунд өлшеуіш, 2-ші дәлдік класты, рұқсат етілген ауытқулары ± 1,8 с.

5.8 Жоғары дәлдік класты сараптамалық таразылар, шамалы рұқсат етілген ауытқулары ± 0,001 г.

ЕСКЕРТПЕ Қолданылатын өлшеу құралдарын метрологиялық аттестаттау немесе типін бекіту, Қазақстан Республикасы мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінің реестрінде тіркеу және

салыстырып тексеру мақсатында сынаудан өткізу қажет, сынау жабдықтары өлшем бірлігін қамтамасыз ету саласындағы заңнамаларға және нормативтік құжаттарға сәйкес аттестатталған болуы керек.

6 Сынау

6.1 Стандартты және бос ерітінділерді дайындау

6.1.1 Талдау үшін тазартылған, түссіздендірілген және өсімдік майының иісінсіз (мысалы, жер жаңғақ майы) (4.5) жұмыстық және бос ерітінділерді пайдаланады.

6.1.2 Стандартты ерітінділерді сыналатын үлгіде (6.1.1) (мысалы, 100 мг/кг) шоғырланған күйде дайындайды (4.1) (мысалы, белгілі химиялық таза заттардың қосылысы, олар шамамен зерттелетін ластануларға сәйкес келеді). Содан кейін өлшемделген ерітінділерді тиісті шоғырланулар түзілгенше (әдетте 1,0 мг/кг ден 10 мг/кг дейін) май-тасымалдауышпен араластырады. Өлшемделген ерітінділер сынамада ласталған қоюлануларға қарағанда ұқсас қоюланған болуы керек.

6.1.3 Егер қажет болса зерттелетін майды ерітеді, (4.5) осы әдіс үшін өлшеу аумағында зерттелетін ластанулар 1,0 мг/кг ден 10 мг/кг дейінгі шамада қоюланғанша ерітіледі.

6.2 Ішкі стандартты дайындау

Ішкі стандарттың ерітіндісін былай дайындайды: метанолдағы (4.2) дейтерирленген бензол, этилбензол немесе нафталин (4.3), шоғырлануы 0,1 г/дм^3 (0,1 мкг/мкл).

Іріктеп алынған ішкі стандартты ұстап тұру уақыты зерттелетін заттарды ұстау уақытына сәйкес болуы керек.

6.3 Зерттелетін үлгілерді (сынамаларды) дайындау

1,00 г зерттелетін майды өлшеп алады. 6.2 сәйкес іріктеп алынған метанолдағы 5,0 мкл ішкі стандарт ерітіндісін қосады. Зертханалық миксер арқылы (5.6) араластырады.

Шараны барлық сынамалармен. өлшемделген және бос ерітінділермен қоса қайталайды. Анағұрлым шынайы нәтижелерді алу үшін теңдей үлестегенге дейін 12 сағатқа сынаманы қозғаусыз қалдырады.

6.4 Газды хроматография/масс-спектрометрия әдісімен анықтау

Криостатталған буландырғышты шыны ыдысқа салады (3-4 см тереңдікте шыныталшықтармен толтырылған). Буландырғышты жабады, хроматографты режимге қосады. Салқындатылған буландырғышқа 10 мг сынаманы шприц арқылы енгізеді және хроматограф бағдарламасын іске қосады.

Егер 10 мг майға талдау жүргізілгеннен кейін ластаушы құрауыштардың шоғырлануы 10 мг/кг асатын болса, онда 2,5 мг салмақты сынамада анықтау шараларын қайталап жүргізеді.

Анағұрлым жоғары шоғырлануларын алу үшін бос майға (6.1.1) сынаманы ерітуге кеңес беріледі, 1 мг/кг-10 мг/кг шоғырлануларын алу үшін (6.1.3 қараңыз).

6.5 Анықтау

Талданатын үлгінің газды хроматография/масс-спектрометриясын ұстау уақытын химиялық заттарды анықтау уақытымен салыстырады.

Анықтау үшін шыңды ұстау уақытына диапазон сәйкестігін сақтау маңызды болып табылады.

Мөлшерленген талдауды алынған ион хроматограммасын пайдалану кезінде, талданатын үлгілердің іріктелген иондары және ішкі стандарттар және осы салаларда интеграцияланғандар үшін жүргізеді. Осы әдіс ерітінділерді интерференциялау әсерін азайту үшін пайдаланылады.

7 Нәтижелерді есептеу және көрсету

7.1 Есептеу

Талданатын заттардың ион шыңы аумағының ішкі стандарт ионы шыңына қатынасы R реактивтігінің коэффициенті болып табылады:

$$R = \frac{K \times C}{C\,is}, \tag{1}$$

Мұндағы: K – талданатын заттардың ион шыңы аумағының және ішкі стандарт ионы шыңына сәйкес келетін қатынасының түзету коэффициенті;

C – талданатын заттардың ион концентрациясы;

C_{is} – ішкі стандарт концентрациясы.

$$R_{sam} = \frac{K \times C_{sam}}{C_{is}}, \tag{2}$$

Мұндағы: R_{sam} – талданатын заттардың реактивтік коэффициентінің мәні;

C_{sam} – сынамадағы талданатын заттар ионының концентрациясы.

C_{is} – ішкі стандарт концентрациясы:

$$R_{sam} = F \times C_{sam}, \tag{3}$$

мұндағы F факторы мынаған тең:

$$F = \frac{K}{C_{is}}, \tag{4}$$

Сонымен қатар, стандарт үшін R мәні:

$$R_{std} = F \times C_{std}, \tag{5}$$

мұндағы C_{std} – стандартта талданатын заттар ионының концентрациясы.

Осылайша,

$$\frac{C_{sam} \times F}{C_{std} \times F} = \frac{R_{sam}}{R_{std}},$$

$$C_{sam} = \frac{R_{sam} \times C_{std}}{R_{std}},$$

ЕСКЕРТПЕ Есептеу ішкі стандарт-есеп әдісімен қолданылатын хроматографқа бағдарламалық қамсыздандыру арқылы жүргізіледі.

7.2 Нәтижелерді көрсету

Қайталап зерттеу жүргізу. 8.2 т шарттары орындалған жағдайда анықталған ластануларды және шоғырланудан алынған мәндердің орташа шамаларын тіркеу. Бұлай болмаған жағдайда зерттеу шараларын басқа зерттелетін үлгілерге жүргізу қажет болады.

Егер қайталап зерттеудегі айырмашылықтар 0,6 мг/кг шамасынан артық болатын болса, онда зерттеудің 4 орташа мәнін есептейді, яғни нәтижелер арасындағы максималды айырмашылық май килограммына шаққанда 10 мг аспауы керек.

Нәтижелер ондық үлеске дейін көрсетілуге тиіс.

8 Өнімділігі және дәлдігі

8.1 Зертханааралық сынаулар

Зертханааралық сынаулар нәтижелері, әдістің өнімділігі және дәлдігі А қосымшасында берілген. Берілген мәндер өзге шоғырлану шегіне және үлгілерге қолданылмайды.

8.2 Қайталанушылығы

Бірдей әдістерді пайдалану арқылы және бір зертханада, бірдей жағдайда, бірдей ұқсас материалдарды пайдаланып алынған барынша аз уақыт аралығында бірдей жабдықтарда, бір зертханашымен орындалған жекелеген әр түрлі екі нәтижелер арасындағы абсолютті айырмашылық, 0,6 мг/кг аспауы және 5 % -ға дейін ауытқудан аспауы керек.

8.3 Өнімділігі

Әр түрлі зертхана арасында бірдей үлгіде анықталған екі сынаудың жекелеген нәтижелері арасындағы абсолютті айырмашылықтар 1,43 мг/кг аспауы және 5 % -ға дейін ауытқудан аспауы керек.

ЕСКЕРТПЕ Осы әдіс 1,1,1-трихлорэтан, 2-этил акрилат гексин, циклопендадиен, тетрахлор-этилен, N-этил-N-метиланилин, N-этил-N-метиланилин, гексан-2-ol, бензол, кумол және этилакрилат [2], [3], [4] материалында сынаудан өткізілген.

А қосымшасы
(ақпараттық)

Зертханааралық сынаулар нәтижелері

А.1 Жалпы ақпарат

Тағамдық майлардағы органикалық химиялық ластануларды анықтау үшін зертханааралық сынаулар екі рет жүргізілді. Бірінші сынау 1993 жылы жүргізілді, сынау нәтижелері А.1 кестесінде берілді. Екінші сынау 1994 жылы жүргізілді, сынау нәтижелері А.3 кестесінде берілді.

ЕСКЕРТПЕ 1996 жылы сәуірде өткен ISO/TC 34/SC 11 отырысында сынауға арналған арнайы жабдықтарды қолдану арқылы алынған нәтижелер мен қатысушылардың шектеулі санына қарамастан, осы халықаралық сынаулардың нәтижелерін тану туралы келісім қабылданды. Келісім хаттамада [1] тіркелген.

А.2 Бірінші халықаралық сынаулар, 1993

Шақырылған зертханалар саны: 10 елден 21 зертхана. Нәтижелерін ұсынған зертханалар саны: 5 елден 7 зертхана.

Сынауға қатысушыларға А-Н белгілері бар тағамдық майлардың 8 үлгісі берілді. Зертханашылар майдағы үш ластаушы заттардың бірінің құрамы туралы хабарландырылды. Үлгілердің сипаттамасы А.1-кестесінде көрсетілген. Статистикалық нәтижелері А.2-кестесінде көрсетілген.

Осы әдіс той майдағы және майдағы болжамдалған ластануларды анықтау үшін қолданылады. Халықаралық сынаулар бойынша алынған деректердің дәлдігі әлемдік сауда және ИСО талаптарына сәйкес ластанудың төменгі шегін анықтауға қанағаттанарлық емес деп танылды.

А.1 кестесі. Тағамдық майды бірінші зертханааралық сынауға арналған үлгілер

Үлгінің коды	Ластаушы химиялық заттардың болжамдалған тізімі[a)]	Майдағы шоғырлануы, мг/кг
A	Дихлорметан 1,2-диброметан 1,1,1-ТРИХЛОРЭТАН	1,12
B	2-ЭТИЛ ГЕКСИЛ АКРИЛАТ Метил акрилат Дипентен	1,25
C	Метил *t*-бутил эфир ДИЦИКЛОПЕНТАДИЕН Фурфурол	1,29
D	Трихлоретилен ТЕРТРАХЛОРЭТИЛЕН 2-Фурфурол	1,03
E	*N,N*-ЭТИЛМЕТИЛАНИЛИН 5-Этил-2-метилпиридин *N,N*-Диметиланилин	1,04
F	Пиридин *N,N*-ДИМЕТИЛАНИЛИН Нитротолуол	1,10
G	Бутаналь 2-ГЕКСАНОЛ Диизобутил кетон	1,04
H	Кумол Пиридин БЕНЗОЛ	1,04

а) Бас әріптермен жазылған химиялық заттар майдың құрамында болған, алайда бұл ақпарат зертханашыларға тек сынау жүргізіліп болғаннан кейін ғана мәлім болды.

А.2 кестесі. Тағамдық майды бірінші зертханааралық сынау нәтижелерінің статикалық талдамасы

	Үлгі							
	A	B	C	D	E	F	G	H
Зертханалар нөмірі	7	7	7	7	7	7	7	7
Шоғырлануының орташа мәні (мг/кг)	1,11	1,32	1,53	1,05	1,58	1,18	0,83	0,91
Көрсетілген шоғырлануы (мг/кг)	1,12	1,25	1,29	1,03	1,04	1,10	1,04	1,04
Қайталанулар үшін қабылданған нәтижелер саны	2	2	3	2	3	2	2	3
Қайталанудың орташа шаршылы ауытқулары *sr* (mg/kg)	0,15	0,08	0,12	0,08	0,13	0,04	0,11	0,04
Қайталанудың вариация коэффициенті (%)	13,7	5,6	15,9	6,6	19,4	3,5	14,3	4,0
Қайталану шегі, *r* (2,83 *sr*)	0,43	0,23	0,62	0,21	0,51	0,11	0,31	0,11
Қайталанулар үшін қабылданған нәтижелер саны	7	6	7	6	5	6	6	7
Қайталанудың орташа шаршылы ауытқулары *sr* (mg/kg)	0,64	0,57	1,09	0,29	1,80	0,43	0,44	0,18
Қайталанудың орташа шаршылы ауытқулары, (%)	58,2	42,2	9,0	29,7	13,5	36,8	53,0	19,6
Қайталану шегі *r* (2,83 *sr*)*R*)	1,82	1,61	3,09	0,81	5,09	1,22	1,25	0,51
Нәтижелер шегі (мг/кг)	0,58 - 2,50	0,58 - 2,10	0,57 - 3,50	0,68 - 1,30	0,40 - 4,73	0,4 - 1,7	0,17 - 1,37	0,6 - 1,10

ЕСКЕРТПЕ *r* және *R* үшін орташа мәнін анықтауға арналған статистикалық қателіктерге қарамастан, олар әр түрлі үлгілер үшін алынған жағдайда, зертханалық сынаулар жүргізу үшін осы әдістің шынайылығы мен дәлдігін тану туралы шешім қабылданды. Алынған нәтижелер бойынша қайталану шегінің орташа мәні (*r*) 0,36, ал өнімділігінің орташа мәні (*R*) 2,38 деп танылды.

А.3 кестесі. Екінші зертханааралық сынаулар, 1994

Шақырылған зертханалар саны: 7 елден 16 зертхана. Нәтижелерін ұсынған зертханалар саны: 5 елден 9 зертхана.

Сынауға қатысушыларға I-K белгілері бар тағамдық майлардың 3 үлгісі берілді. Талдау шарттарына жуықтау үшін және бағыт алу үшін зертханашылар майдағы үш ластаушы заттардың бірінің құрамы туралы хабарландырылды. Үлгілердің сипаттамасы А.3-кестесінде көрсетілген. Статистикалық нәтижелері А.4-кестесінде көрсетілген.

А.3 кестесі. Тағамдық майды екінші зертханааралық сынауға арналған үлгілер

Үлгінің коды	Ластаушы химиялық заттардың болжамдалған тізімі[a)]	Майдағы шоғырлануы, мг/кг
I	2-Этил гексил акрилат ЭТИЛ АКРИЛАТ Поливинилацетат	1,03
J	N, N-диметиланилин Эпихлоргидрин 1,3-Дихлорпропен	
K	КУМОЛ Тетрахлорэтилен *N,N*-ЭТИЛМЕТИЛАНИЛИН	1,25

а) Бас әріптермен жазылған химиялық заттар майдың RBD құрамында болған, алайда бұл ақпарат зертханашыларға тек сынау жүргізіліп болғаннан кейін ғана мәлім болды. J үлгісі бос болған.

А.4 кестесі. Екінші зертханааралық сынау нәтижелерінің статикалық талдамасы

	Үлгі				
	I (55)	K (105)	K (105)	K (120)	K (120)
	Ішкі стандарт				
	Бензол (84)	Этилбензол (98)	Этилбензол (116)	Этилбензол (98)	Этилбензол (116)
Зертханалар нөмірі	9	9	8	8	8
Ұсынылған нәтижелер нөмірлері	7	8	8	6	7
Орташа мәні (мг/кг)	1,19	0,94	0,99	0,92	0,97
Қайталанудың орташа шаршылы ауытқулары *sr* (mg/kg)	0,48	0,07	0,08	0,04	0,08
Қайталанудың вариация коэффициенті, (%)	40,0	7,7	8,5	4,15	8,7
Қайталану шегі, *r* (2,83 *sr*)	1,3	0,2	0,24	0,11	0,24
Қайталанудың орташа шаршылы ауытқулары *sr* (mg/kg)	0,50	0,50	0,51	0,52	0,52
Қайталанудың вариация коэффициенті, (%)	42	53,25	51,2	56,8	53,5
Қайталану шегі, *r* (2,83 *sr*)	1,4	1,4	1,4	1,47	1,47
Нәтижелер шегі (мг/кг)	0,5 - 2,75	0,16 - 1,69	0,15 - 1,66	0,1 - 1,47	0,09 - 1,67

ЕСКЕРТПЕ *r* және *R* үшін орташа мәнін анықтауға арналған статистикалық қателіктерге қарамастан, олар әр түрлі үлгілер үшін алынған жағдайда, зертханалық сынаулар жүргізу үшін осы әдістің шынайылығы мен дәлдігін тану туралы шешім қабылданды. Алынған нәтижелер бойынша қайталану шегінің орташа мәні (*r*) 0,61, ал өнімділігінің орташа мәні (*R*) 1,43 деп танылды.

Д.А қосымшасы
(*ақпараттық*)

Д.А 1-кестесі. Ұлттық стандарттардың сілтемелік халықаралық құжаттарға сәйкестігі туралы мәліметтер

Халықаралық стандарттың белгіленуі және атауы	Сәйкестік деңгейі	Ұлттық стандарттың белгіленуі және атауы
ISO 661:2003* Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample - Preparation of test sample (Өсімдіктің және жануарлардың тоң майы мен майы. Зерттелетін сынаманы дайындау)	IDT	ҚР СТ ИСО 661-2009 « Өсімдіктің және жануарлардың тоң майы мен майы. Зерттелетін сынаманы дайындау»

Библиография

[1] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 1: General principles and definitions (Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлме-дәлдігі). 1-бөлім. Жалпы қағидалар және анықтамалар).

[2] Leatherhead Food Research Association. Research Reports, No. 708 (June 1993) (Летерхед зерттеу сауда-саттық қауымдастығы. Ғылыми-зерттеу жұмыстары туралы есептер. № 708 (маусым, 1993).

[3] Leatherhead Food Research Association. Technical Notes, No. 110 (April 1994) (Летерхед зерттеу сауда-саттық қауымдастығы. Техникалық ескертпелер, № 110 (сәуір, 1994)

[4] Leatherhead Food Research Association. Research Reports, No. 742 (February 1997) (Летерхед зерттеу сауда-саттық қауымдастығы. Ғылыми-зерттеу жұмыстары туралы есептер, № 742 (ақпан 1997).

ӘОЖ [664.32+613.268]:543.544.3:006.35 **МЖС 67.200.10**

Түйін сөздер: бірдейлендіру, ұшпа органикалық ластаушы қоспалар, хроматография.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение и идентификация летучих органических загрязняющих примесей методом газовой хроматографии

СТ РК ISO 15303-2012

(ISO 15303:2001, IDT)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и ТК по стандартизации № 71 «Экологическая безопасность сырья, материалов, веществ и сооружений»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 12 ноября 2012 г. № 531/1-од.

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 15303:2001 Animal and vegetable fats and oils - Detection and identification of a volatile organic contaminant by GC/MS «Жиры и масла животные и растительные. (Обнаружение и идентификация летучих органических загрязняющих примесей методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии»).

Международный стандарт подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 146, Пищевые продукты, Подкомитетом SC 11, Животные и растительные жиры и масла.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий национальный стандарт и на который имеются ссылки, находится в Едином государственном фонде нормативных технических документов.

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2017 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ
Определение и идентификация летучих органических загрязняющих примесей методом газовой хроматографии

Дата введения 2014-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод обнаружения и идентификации летучих органических, загрязняющих примесей в пищевых маслах животного и растительного происхождения.

Настоящий стандарт применяется для идентификации летучих химических веществ в непереработанном и очищенном пищевом масле, которое может содержать их остаточное количество в виде примесей. Этот метод позволяет определить концентрацию загрязнения.

Настоящий стандарт не применяется для обнаружения концентрации летучих химических веществ, которые вступают в реакцию с пищевым маслом или с одним из его компонентов. В таких случаях наличие загрязняющих примесей может быть обнаружено качественным методом.

Настоящий стандарт применяется только для определения летучих веществ.

Настоящий метод используется для обнаружения химических веществ следующих классов:

- предельные (насыщенные) галогенпроизводные углеводороды;
- ненасыщенные галогенпроизводные углероды;
- сложные эфиры, альдегиды, спирты, амины, кетоны, эфиры;
- циклические и ароматические соединения;
- нитрогенные соединения;
- акрилаты; и т.д.

Диапазон измерения концентраций от 1 мг/кг до 10 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан

ISO 661:2003* Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample - Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания)

3 Принцип метода

Дейтеризованное химическое вещество с известным временем удерживания, прямо пропорциональным концентрации искомого вещества, добавляется в масло до концентрации приблизительно равной предполагаемому загрязнению. Проба масла

* применяется в соответствии с СТ РК 1.9

вводится в испаритель газового хроматографа. Летучие компоненты испаряются из масла и находятся в испарителе. Он быстро нагревается до 160 °С и летучие вещества из испарителя поступают в колонку газового хроматографа, где происходит разделение их смеси на компоненты (идентификация), затем каждый компонент в токе газа-носителя поступает в масс-спектрометр, где происходит количественное определение.

4 Реактивы

Используют реактивы общепризнанного аналитического класса, дистиллированную или деминерализованную воду.

4.1 Контрольное химическое вещество, соответствующее исследуемому загрязняющему соединению (химически чистое, далее х.ч.).

4.2 Метанол (чистый для анализа, далее ч.д.а.)

4.3 Дейтерированный внутренний стандарт - растворы бензола, этил бензола или нафталина (99,0 %).

4.4 Гелий, высокой чистоты, не ниже 99,9995 %.

4.5 Масло-носитель - очищенное, отбеленное, без запаха арахисовое масло, или растительное масло идентичной степени стабильности, без посторонних органических примесей.

5 Оборудование

Обычная лабораторная посуда и оборудование:

5.1 Газовый хроматограф, в соответствии действующей нормативной документацией.

5.2 Масс-спектрометр, в соответствии действующей нормативной документацией.

5.3 Термодесорбер и криостат с испарителем, в соответствии действующей нормативной документацией.

5.4 Колонка хроматографическая капиллярная с неподвижной фазой, например, метил полисилоксан OV101 или аналогичной, внутренним диаметром 0,32 мм, длинной 50 м, толщиной пленки неподвижной фазы 0,5 мкм.

5.5 Газовый хроматограф/масс-спектрометр, с характеристиками работы в следующих условиях:

a) программа криостатирующего испарителя:

- криостатирующий испаритель с температурой от минус 40 °С до плюс 160°С.

Испаритель находится при температуре минус 40 °С в течение 5 мин и затем резко нагревается до 160 °С. Испаритель находится при температуре 160 °С в течение 3 мин.

b) температурная программа термостата колонок газового хроматографа:

- начальная температура 50 °С в течение 5 минут;
- нагревание 7,5 °С в минуту;
- конечная температура 250 °С в течение 5 минут.

c) условия для масс-спектрометра:

сканирование	одно сканирование в секунду или чаще;
источник	70 эВ, 200 °С, 100 мкА, 4 кВ.

d) скорость газа-носителя:

колонка	1 $см^3$/мин гелия;
сплит (деление потока)	5 $см^3$/мин.

5.6 Лабораторный миксер

5.7 Секундомер, 2 класса точности, допустимая погрешность ± 1,8 с.

5.8 Весы аналитические высокого класса точности с наибольшим пределом

допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

ПРИМЕЧАНИЕ Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа или метрологической аттестации, регистрации в реестре государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан и поверке, испытательное оборудование должно быть аттестовано в соответствии с законодательством и нормативными документами в области обеспечения единства измерений.

6 Проведение испытаний

6.1 Приготовление стандартного и холостого раствора

6.1.1 Для анализа используют очищенное, обесцвеченное и без запаха растительное масло (например, арахисовое) (4.5) в качестве рабочего и холостого раствора.

6.1.2 Готовят стандартный раствор (4.1) (например, соединение известных чистых химических веществ, которые предположительно соответствуют исследуемому загрязнению) в концентрации (например, 100 мг/кг) в испытуемом образце (6.1.1). После разводят градуировочные растворы с маслом-носителем до необходимой концентрации (обычно в пределах от 1,0 мг/кг до 10 мг/кг). Градуировочные растворы должны быть схожей концентрации по отношению к концентрации загрязнения в пробе.

6.1.3 Растворяют исследуемое масло, если это необходимо, в (4.5) до концентрации исследуемого загрязнения в пределах от 1,0 мг/кг до 10 мг/кг, в диапазоне измерений для данного метода.

6.2 Приготовление внутреннего стандарта

Готовят раствор внутреннего стандарта: дейтерированного бензола, этилбензола или нафталина (4.3) в метаноле (4.2), концентрацией 0,1 г/дм^3 (0,1 мкг/мкл). Время удерживания выбранного внутреннего стандарта должно соответствовать времени удерживания исследуемого вещества.

6.3 Подготовка исследуемого образца (пробы)

Взвешивают 1,00 г исследуемого масла. Добавляют 5,0 мкл внутреннего стандарта раствора в метаноле, выбранного в соответствии с 6.2. Перемешивают с помощью лабораторного миксера (5.6).

Повторяют процедуру со всеми пробами, градуировочными и холостыми растворами. Для получения более достоверного результата, оставляют пробы на 12 часов до установления равновесия.

6.4 Определение методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии

В криостатирующий испаритель помещают стеклянную емкость (заполненный стекловатой на глубину 3-4 см). Испаритель закрывают, хроматограф выводят на режим. В охлажденный испаритель с помощью шприца вводят 10 мг пробы и запускают программу хроматографа.

Если концентрация загрязняющего компонента превышает 10 мг/кг, после проведения анализа на 10 мг масла, повторяют процедуру определения на пробу массой 2,5 мг. Для более высокой концентрации рекомендуется растворить пробу в холостом масле (6.1.1) для получения концентрации 1 мг/кг-10 мг/кг (см. 6.1.3).

6.5 Определение

Сравнивают время выдержки газовой хроматографии/масс-спектрометрии анализируемого образца с обнаруживаемым химическим веществом.

Для определения важно соблюдать соответствие диапазона времени удерживания пиков.

Количественный анализ осуществляется при использовании полученной хроматограммы иона для выбранных ионов анализируемого образца и внутреннего стандарта и интегрирования этих областей. Данный метод используется для уменьшения

влияния интерференции растворителя.

7 Вычисление и выражение результатов

7.1 Вычисление

Отношение площадей пика иона анализируемого вещества к площади пика иона внутреннего стандарта является коэффициентом реактивности R:

$$R = \frac{K \times C}{C is}, \tag{1}$$

где K – поправочный коэффициент соответствующий отношению чувствительности анализируемого вещества и внутреннего стандарта;

C – концентрация иона анализируемого вещества;

C_{is} – концентрация внутреннего стандарта.

$$R_{sam} = \frac{K \times C_{sam}}{C_{is}}, \tag{2}$$

где R_{sam} – значение коэффициента реактивности анализируемого вещества;

C_{sam} – концентрация иона анализируемого вещества в пробе.

C_{is} – концентрация внутреннего стандарта:

$$R_{sam} = F \times C_{sam}, \tag{3}$$

где фактор F равен:

$$F = \frac{K}{C_{is}}, \tag{4}$$

Также, значение R для стандарта:

$$R_{std} = F \times C_{std}, \tag{5}$$

где C_{std} – концентрация иона анализируемого вещества в стандарте.

Таким образом,

$$\frac{C_{sam} \times F}{C_{std} \times F} = \frac{R_{sam}}{R_{std}},$$

$$C_{sam} = \frac{R_{sam} \times C_{std}}{R_{std}},$$

ПРИМЕЧАНИЕ Вычисление проводится при помощи программного обеспечения к используемому хроматографу с методом обсчета - внутренний стандарт.

7.2 Выражение результатов

Провести повторные определения. Зарегистрировать определение загрязнения и среднее значение полученных значений концентрации, при удовлетворении условия 8.2. В противном случае провести процедуру определения на других исследуемых порциях. Если повторно разница превысит значение 0,6 мг/кг, вычислить среднее значение 4 определений, при условии, что максимальная разница между результатами не превышает 1,0 мг на килограмм масла.

Результаты выражены до десятичных долей.

8 Воспроизводимость и точность

8.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний, воспроизводимости и точности метода приведены в приложении А. Приведенные значения не применяются к другим пределам концентрации и образцам.

8.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами, полученными при использовании одинаковых методов и с использованием идентичного пробного материала в условиях одной и той же лаборатории при исполнении анализа одним и тем же лаборантом и при использовании одинакового оборудования в небольшой промежуток времени, должна составлять не более 5 % случаев превышения 0,6 мг/кг.

8.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами при использовании одинаковых методов и идентичного пробного материала в разных лабораториях при исполнении анализа разными лаборантами и на разном оборудовании должна составлять не более 5 % случаев и не превышать 1,43 мг/кг.

ПРИМЕЧАНИЕ Данный метод был апробирован на материале 1,1,1-трихлорэтана, 2-этил акрилат гексина, циклопендадиен, тетрахлор-этилен, N-этил-N-метиланилин, N-этил-N-метиланилин, гексан-2-ol, бензол, кумол и этилакрилат [2], [3], [4].

Приложение А
(информационное)

Результаты межлабораторных испытаний

А.1 Общая информация

Были проведены дважды межлабораторные испытания для обнаружения органических химических загрязнений в пищевых маслах. Первые испытания проводились в 1993 г., результаты испытаний приведены в «Таблице» А.1. Вторые испытания был проведены в 1994 г., результаты испытаний приведены в «Таблице» А.3.

ПРИМЕЧАНИЕ На заседании ISO/TC 34/SC 11 от Апреля 1996 г. было принято соглашение о признании результатов данных международных испытаний независимо от ограниченного количества участников и полученных результатов в виду использования специализированного оборудования для испытаний. Соглашение зарегистрировано в протоколе [1].

А.2 Первые межлабораторные испытания, 1993

Количество приглашенных лабораторий: 21 из 10 стран. Количество лабораторий, предоставивших результаты: 7 из 5 стран.

Участникам испытаний были предоставлены 8 образцов пищевого масла с обозначениями А-Н. Лаборанты было осведомлены о содержании одного из трех загрязняющих веществ в масле. Описание образцов дано в «Таблице» А.1. Статистические результаты приведены в «Таблице» А.2.

Данный метод применяется для обнаружения предполагаемого загрязнения в масле или жире. Точность полученных данных по международным испытаниям признаны неудовлетворительными для определения нижнего предела загрязнения согласно требованиям торговли и ISO.

Таблица А.1 - Образцы для первого межлабораторного испытания пищевого масла

Код образца	Предполагаемый перечень загрязняющих химических веществ[a)]	Концентрация в масле, мг/кг
A	Дихлорметан 1,2-диброметан 1,1,1-ТРИХЛОРЭТАН	1,12
B	2-ЭТИЛ ГЕКСИЛ АКРИЛАТ Метил акрилат Дипентен	1,25
C	Метил *t*-бутил эфир ДИЦИКЛОПЕНТАДИЕН Фурфурол	1,29
D	Трихлоретилен ТЕРТРАХЛОРЭТИЛЕН 2-Фурфурол	1,03
E	*N*,*N*-ЭТИЛМЕТИЛАНИЛИН 5-Этил-2-метилпиридин *N*,*N*-Диметиланилин	1,04
F	Пиридин *N*,*N*-ДИМЕТИЛАНИЛИН Нитротолуол	1,10
G	Бутаналь 2-ГЕКСАНОЛ Диизобутил кетон	1,04
H	Кумол Пиридин БЕНЗОЛ	1,04

а) Химические вещества, которые написаны заглавными буквами, содержались в масле, но эта информация была известна лаборантам только после проведения испытания.

Таблица А.2. Статистический анализ результатов первых межлабораторных испытаний

	Образец							
	A	B	C	D	E	F	G	H
Номер лаборатории	7	7	7	7	7	7	7	7
Среднее значение концентрации (мг/кг)	1,11	1,32	1,53	1,05	1,58	1,18	0,83	0,91
Выраженная концентрация (мг/кг)	1,12	1,25	1,29	1,03	1,04	1,10	1,04	1,04
Количество принятых результатов для повторяемости	2	2	3	2	3	2	2	3
Среднеквадратическое отклонение повторяемости *sr* (mg/kg)	0,15	0,08	0,12	0,08	0,13	0,04	0,11	0,04
Коэффициент вариаций повторяемости, (%)	13,7	5,6	15,9	6,6	19,4	3,5	14,3	4,0
Предел повторяемости, *r* (2,83 *sr*)	0,43	0,23	0,62	0,21	0,51	0,11	0,31	0,11
Количество принятых результатов для повторяемости	7	6	7	6	5	6	6	7
Среднеквадратическое отклонение повторяемости *sr* (mg/kg)	0,64	0,57	1,09	0,29	1,80	0,43	0,44	0,18
Коэффициент вариаций повторяемости, (%)	58,2	42,2	9,0	29,7	13,5	36,8	53,0	19,6
Предел повторяемости, *r* (2,83 *sr*)*R*)	1,82	1,61	3,09	0,81	5,09	1,22	1,25	0,51
Пределы результатов (мг/кг)	0,58 - 2,50	0,58 - 2,10	0,57 - 3,50	0,68 - 1,30	0,40 - 4,73	0,4 - 1,7	0,17 - 1,37	0,6 - 1,10

ПРИМЕЧАНИЕ Несмотря на статистические погрешности для определения среднего значения для *r* и *R* , когда они получены для разных образцов, было принято решение о признании достоверности и точности этого метода для проведенных межлабораторных испытаний. По данным результатам среднее значение предела повторяемости (*r*) 0,36, среднее значение воспроизводимости (*R*) 2,38.

Таблица А.3 Вторые межлабораторные испытания, 1994

Количество приглашенных лабораторий: 16 из 7 стран.

Количество лабораторий, предоставивших результатов: 9 из 5 стран.

Участникам теста были предоставлено 3 образца пищевого масла с обозначениями I-K. Для приближения к условиям перевозки в количестве трех перевозок и для осведомления о содержании загрязнения в масле, лаборантам было сообщено о наличии одно из трех соединений. Описание образцов дано в Таблице А.3. Статистические результаты приведены в Таблице А.4.

Таблица А.3 Образцы для второго межлабораторного испытания пищевого масла

Код образца	Предполагаемый перечень загрязняющих химических веществ[a)]	Концентрация в масле, мг/кг
I	2-Этил гексил акрилат ЭТИЛ АКРИЛАТ Поливинилацетат	1,03
J	N, N-диметиланилин Эпихлоргидрин 1,3-Дихлорпропен	
K	КУМОЛ Тетрахлорэтилен *N,N*-ЭТИЛМЕТИЛАНИЛИН	1,25

[a)] Химические вещества, написанные заглавными буквами, были добавлены в RBD пищевые масла, но эта информация была доступна только после проведения теста. Образец J был холостым.

Таблица А.4. Статистический анализ результатов вторых межлабораторных испытаний

	Образец				
	I (55)	K (105)	K (105)	K (120)	K (120)
	Внутренний стандарт				
	Бензол (84)	Этилбензол (98)	Этилбензол (116)	Этилбензол (98)	Этилбензол (116)
Номер лаборатории	9	9	8	8	8
Номера предоставленных результатов	7	8	8	6	7
Среднее значение (мг/кг)	1,19	0,94	0,99	0,92	0,97
Среднеквадратическое отклонение повторяемости *sr* (mg/kg)	0,48	0,07	0,08	0,04	0,08
Коэффициент вариаций повторяемости, (%)	40,0	7,7	8,5	4,15	8,7
Предел повторяемости, *r* (2,83 *sr*)	1,3	0,2	0,24	0,11	0,24
Среднеквадратическое отклонение повторяемости *sr* (mg/kg)	0,50	0,50	0,51	0,52	0,52
Коэффициент вариаций повторяемости (%)	42	53,25	51,2	56,8	53,5
Предел повторяемости, *r* (2,83 *sr*)	1,4	1,4	1,4	1,47	1,47
Пределы результатов (мг/кг)	0,5 - 2,75	0,16 - 1,69	0,15 - 1,66	0,1 - 1,47	0,09 - 1,67

ПРИМЕЧАНИЕ Несмотря на статистические погрешности для определения среднего значения для *r* и *R* , когда они получены для разных образцов, было принято решение о признании достоверности и точности этого метода для настоящего случая. По данным результатам среднее значение предела повторяемости (*r*) 0,61, среднее значение воспроизводимости (*R*) 1,43.

Приложение Д.А
(информационное)

Таблица Д.А 1 - Сведения о соответствии национальных стандартов ссылочным международным документам

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование национального стандарта
ISO 661:2003* Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample - Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания)	IDT	СТ РК ИСО 661-2009 «Жиры и масла животные и растительные. Подготовка исследуемой пробы»

Библиография

[1] 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).

[2] Leatherhead Food Research Association. Research Reports, No. 708 (June 1993) (Продовольственная ассоциация исследования Летерхеда. Отчеты о научно-исследовательской работе, № 708 (июнь 1993).

[3] Leatherhead Food Research Association. Technical Notes, No. 110 (April 1994) (Продовольственная ассоциация исследования Летерхеда. Технические примечания, № 110 (апрель 1994)

[4] Leatherhead Food Research Association. Research Reports, No. 742 (February 1997) (Продовольственная ассоциация исследования Летерхеда. Отчеты о научно-исследовательской работе, № 742 (февраль 1997).

УДК [664.32+613.268]:543.544.3:006.35 **МКС 67.200.10**

Ключевые слова: идентификация, летучие органические загрязняющие примеси, хроматография.

Басуға _____ж. қол қойылды. Пішімі 60х84 1/16 Қағазы офсеттік.
Қаріп түрі «Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана.
Тапсырыс ____ _____
«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8(7172) 240074, 793324

gost.e-ecolog.ru