МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 9832— 2015

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение остаточного содержания технического гексана

(ISO 9832:2002, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров) на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 августа 2015 г. № 79–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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 сентября 2015 г. № 1350-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 9832–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 9832:2002 Animal and vegetable fats and oils — Determination of residual technical hexane content (Животные и растительные жиры и масла. Определение остаточного содержания технического гексана)

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

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию, стандартизации и метрологии.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия − идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

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

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 ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ
Определение остаточного содержания технического гексана

Animal and vegetable fats and oils.
Determination of residual technical hexane content

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения остаточного содержания технического гексана в животных и растительных жирах и маслах (далее – жиры).

Метод применим для определения содержания гексана в диапазоне от 10 до 1 500 млн$^{-1}$ (мг/кг).

Метод не применим к жирам рыб и морских млекопитающих.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного стандарта. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание стандарта. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного стандарта (включая любые изменения).

ISO 661:1989 Animal and vegetable fats and oils. Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания)

3 Термин и определение

В настоящем стандарте применен термин с соответствующим определением:

3.1 **остаточное содержание технического гексана:** Содержание летучих углеводородов, оставшихся в жирах в результате обработки, включающей использование углеводородных растворителей, определяемое методом, указанным в настоящем стандарте.

Примечание – Остаточное содержание технического гексана выражается в млн$^{-1}$ (мг/кг).

4 Сущность метода

Десорбция летучих углеводородов нагреванием пробы при 80 °С в закрытом сосуде после добавления внутреннего стандарта. Определение содержания индивидуальных летучих углеводородов в свободном пространстве над пробой методом газовой хроматографии с использованием насадочных или капиллярных колонок.

5 Реактивы

Используют только реактивы известной аналитической степени чистоты, если не указано иное, а также дистиллированную или деминерализованную воду, либо воду эквивалентной степени чистоты.

5.1 Технический гексан, схожий по составу с гексаном, используемым для промышленных целей или *н*-гексан.

Рекомендуется использовать для градуировки технический гексан. Этот реактив обычно содержит до 50 % (по массе) *н*-гексана и состоит в основном из C_6-изомеров, но может содержать углеводороды C_5 и C_7.

5.2 Внутренний стандарт, *н*-гептан

Если он не доступен, может быть использован циклогексан, при условии, что растворитель (см. 5.1), используемый для экстракции или градуировки, содержит незначительное количество циклогексана и/или *н*-гептана или компонентов с аналогичным временем удерживания.

5.3 Газ-носитель, например водород, азот или гелий и т. д., тщательно высушенный, с содержанием кислорода менее 10 млн$^{-1}$ (мг/кг).

5.4 Вспомогательные газы, водород (99,9 % чистоты, свободный от органических примесей) и воздух (свободный от органических примесей).

5.5 Жир для градуировки, свежерафинированный и дезодорированный растительный жир, с незначительным содержанием технического гексана.

Этот жир не должен содержать перекисей или других компонентов, способных разлагаться с образованием летучих веществ, которые можно принять за углеводороды во время испытания.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование:

6.1 Флаконы вместимостью 20 $см^3$.

6.2 Пробки, инертные по отношению к жирам и растворителям, изготовленные из такого материала, как бутилкаучук или красная резина, не содержащие остатков углеводородных растворителей и не набухающие в условиях испытания, с алюминиевыми колпачками, пригодными для использования с флаконами (см. 6.1), и клещами для их обжима.

6.3 Щипцы, пригодные для удерживания флаконов (см. 6.1).

6.4 Шприцы вместимостью 10 мкл, используемые только для анализа остаточного технического гексана. Их нельзя очищать углеводородным растворителем.

6.5 Шприцы вместимостью 1 мкл, используемые только для анализа остаточного технического гексана. Их нельзя очищать углеводородным растворителем.

6.6 Шприцы вместимостью 1000 мкл, газонепроницаемые, используемые только для анализа остаточного технического гексана. Их нельзя очищать углеводородным растворителем.

6.7 Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором и интегратором и/или регистратором, снабженный:

a) насадочной стеклянной колонкой, от 2 до 4 м в длину и внутренним диаметром приблизительно 3,2 мм, заполненной промытой кислотой и силанизированной диатомовой землей с размером частиц от 150 до 180 мкм (пригоден Хромосорб P NAW 60 − 80 меш[1]) и покрытой 10 % скваланом или любой другой фазой, обеспечивающей необходимое хроматографическое разделение, или

b) стеклянной капиллярной колонкой, длиной около 30 м и внутренним диаметром 0,3 мм, покрытой метилполисилоксаном с толщиной пленки 0,2 мкм.

Температура инжектора и детектора должна быть установлена 100 °С, а температура термостата − 50 °С.

Если использована капиллярная колонка [см. b)], прибор должен иметь сплит-систему инжекции 1/100.

Примечание – Для серийных анализов достаточно использовать газовый хроматограф с автоматической инжекцией пробы и термостатирующей баней. В этом случае ручной инжекции не требуется.

6.8 Нагревательная баня, снабженная зажимами для закрепления флаконов, обеспечивающая термостатирование при температуре (80 ± 2) °С.

Примечание – Для продолжительной работы рекомендуется в качестве теплоносителя использовать глицерин.

6.9 Встряхиватель

7 Отбор проб

Образец, полученный лабораторией, должен быть репрезентативным и не быть поврежденным или измененным во время транспортирования и хранения.

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

Образец должен быть защищен от увеличения или потери остатков растворителя.

8 Подготовка лабораторной пробы

Подготавливают лабораторную пробу в соответствии с ISO 661, избегая прироста или потери растворителя.

[1] Хромосорб P NAW 60 − 80. Эта информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не связана с поддержкой этого продукта.

9 Проведение испытания

9.1 Градуировка хроматографа

9.1.1 Взвешивают по 5 г жира для градуировки (см. 5.5) с точностью до 0,01 г в каждый из семи флаконов (см. 6.1). Закрывают каждый флакон пробкой и колпачком (см. 6.2).

В шесть из семи флаконов (см. 6.1) добавляют с помощью шприца (см. 6.4 или см. 6.5), растворитель (см. 5.1) в количестве, указанном в таблице 1 для получения соответствующих концентраций. В седьмой флакон растворитель не добавляют.

Шесть флаконов, в которые был добавлен растворитель, энергично встряхивают на встряхивателе (см. 6.9) в течение 1 ч при комнатной температуре.

9.1.2 По окончании этого времени в каждый из семи флаконов добавляют сквозь пробки с помощью шприца (см. 6.4), (5 ± 0,1) мкл внутреннего стандарта (см. 5.2). При содержании гексана от 10 млн$^{-1}$ (мг/кг) до 20 млн$^{-1}$ (мг/кг) рекомендуется добавить 2 мкл внутреннего стандарта (см. 5.2).

Энергично перемешивают вручную содержимое флаконов круговыми движениями в горизонтальной плоскости в течение примерно 1 мин, таким образом, чтобы жир не касался пробки. Если это произойдет, флакон отбрасывают и заново начинают процедуру с новой порцией жира для градуировки.

Предостережение – Если жир попал на пробку он будет загрязнять иглу при отборе газа из свободного пространства над пробой, и загрязняющее вещество может попасть в колонку; особенно важно избежать такого загрязнения при использовании капиллярных колонок.

С интервалом 15 мин (т. е. временем удерживания внутреннего стандарта), погружают по горлышко по одному флакону в баню (см. 6.8), нагретую до 80 °С , для достижения равновесия между жиром и газовой фазой.

Таблица 1 – Содержание гексана в градуировочных образцах

Объем добавленного растворителя (см. 5.1), мкл	Содержание гексана млн$^{-1}$ (мг/кг) при использовании	
	технического гексана	*н*-гексана
0,5	67	66
1	134	132
2	268	264
4	536	528
7	938	924
10	1340	1320

9.1.3 Из каждого флакона, который находился в нагревательной бане в течение (60 ± 1) мин, отбирают (не вынимая его из бани) 1000 мкл газовой фазы с помощью шприца (см. 6.6), нагретого до 60 °С. Сразу же вводят полученную пробу газообразной фазы в хроматограф.

9.1.4 По хроматограмме, соответствующей флакону, в который не был добавлен растворитель, вычисляют содержание гексана A_c, выраженное в процентах от суммарной площади пиков.

9.1.5 По каждой из хроматограмм, соответствующих каждому из флаконов, в которые был добавлен растворитель, вычисляют градуировочный фактор F по формуле

$$F = \frac{w_h \cdot A_{is}}{(A_t - A_c - A_{is}) \cdot w_{is}}, \quad (1)$$

где A_c – содержание гексана, рассчитанное по 9.1.4;

A_{is} – содержание внутреннего стандарта в жире для градуировки (см. 5.5) с добавленным растворителем, выраженное в процентах от суммарной площади пиков;

A_t – общее содержание углеводородов, включая внутренний стандарт, в жире для градуировки (см. 5.5) с добавленным растворителем, выраженное в процентах от суммарной площади пиков;

w_h – содержание растворителя (см. 5.1) в жире для градуировки (см. 5.5) с добавленным растворителем, выраженное в миллиграммах на килограмм;

w_{is} – содержание внутреннего стандарта в жире для градуировки (см. 5.5) с добавленным растворителем, выраженное в миллиграммах на килограмм, т. е. 680 для *н*-гептана или 780 для циклогексана.

Примечание – Если в 9.1.2 было добавлено только 2 мкл внутреннего стандарта, w_{is} равно 272 для *н*-гептана или 312 для циклогексана.

Результаты выражают с точностью до третьего десятичного знака.

Градуировочные факторы шести градуировочных образцов должны быть примерно равны. Рассчитывают среднеарифметическое значение $\overline{F}$, которое должно быть около 0,45 для гептана. Полученный таким образом фактор $\overline{F}$ может быть использован для определения содержания гексана менее 60 млн$^{-1}$ (мг/кг). Если значение *F*, найденное для флакона, содержащего 0,5 мкл растворителя (см. 5.1), существенно ниже среднего значения $\overline{F}$, это, вероятно, связано с трудностью введения точно 0,5 мкл, и это определение следует отбросить или повторить.

Средний градуировочный фактор для циклогексана обычно составляет около 0,57, в то время как он составляет около 0,45 для *н*-гептана.

9.2 Проведение определения

9.2.1 Взвешивают как можно быстрее во флаконе (см. 6.1) 5 г лабораторной пробы (см. 8) с точностью до 0,01 г. Немедленно закрывают пробкой и колпачком (см. 6.2).

9.2.2 Вводят 5 мкл внутреннего стандарта (см. 5.2) сквозь пробку с помощью шприца (см. 6.4). Энергично перемешивают вручную круговыми движениями в горизонтальной плоскости содержимое в течение примерно 1 мин, перемещая флакон таким образом, чтобы жир не касался пробки. Если это произойдет, флакон отбрасывают и заново начинают процедуру с новой порцией пробы. (**Предостережение** – см. 9.1.2). Помещают флакон до горлышка в нагревательную баню (см. 6.8), при 80 °С на (60 ± 1) мин.

9.2.3 Затем отбирают 1000 мкл из газовой фазы с помощью шприца (см. 6.6), нагретого до 60 °С, не удаляя флакон из нагревательной бани. Немедленно вводят полученную пробу газовой фазы в хроматограф.

9.2.4 Определяют остаточное содержание технического гексана в образце по хроматограмме (см. пример на рисунке 1), измеряя пики, идентифицированные как принадлежащие гексану, а не продуктам распада.

9.3 Количество определений

Выполняют определение на двух пробах для анализа из одной и той же лабораторной пробы в течение короткого интервала времени.

10 Обработка результатов

Остаточное содержание технического гексана в образце *w*, в мг/кг, вычисляют по формуле

$$w = \frac{(A'_t - A'_{is}) \cdot \overline{F} \cdot w'_{is}}{A'_{is}}, \qquad (2)$$

где A'_{is} – содержание в пробе н-гептана или циклогексана, выраженное в процентах от суммарной площади пиков;

A'_t – общее содержание углеводородов, в том числе в пробе, выраженное в процентах от суммарной площади пиков;

$\overline{F}$ – средний градуировочный фактор, определенный по 9.1.5;

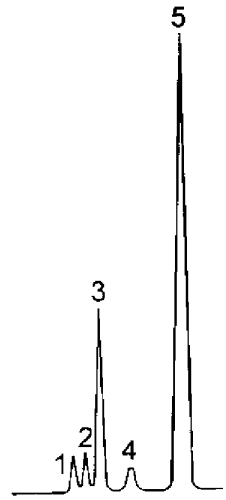
w'_{is} – содержание в пробе, выраженное в миллиграммах на килограмм, т. е. 680 для *н*-гептана или 780 для циклогексана.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений (см. 9.3) при условии, что удовлетворяются требования повторяемости (см. 11.2). Если требования повторяемости не выполняются, результаты отбрасывают и выполняют два новых определения на пробах для анализа, взятых из той же лабораторной пробы.

11 Прецизионность

11.1 Результаты межлабораторных испытаний

Подробная информация о межлабораторных испытаниях на точность метода приведена в приложении А. Значения, полученные по результатам межлабораторных испытаний, нельзя применять к результатам и матрицам, отличающимся от приведенных.



1 – 2–метилпентан, *2* – 3–метилпентан, *3* – *н*-гексан, *4* – метилциклопентан, *5* – циклогексан (с другим временем удерживания н-гептан)

Рисунок 1 – Пример газовой хроматограммы гексановых углеводородов

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода, на идентичном испытуемом образце, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в течение короткого интервала времени, не должно более чем в 5 % случаев превышать предел повторяемости *r*, приведенный в приложении А.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода, на идентичном испытуемом образце, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно более чем в 5 % случаев превышать предел воспроизводимости *R*, приведенный в приложении А.

Примечание – Следует отметить, что значения пределов воспроизводимости *R*, приведенные в приложении А, применимы в частном случае, когда сравниваются результаты единичных определений, полученных двумя лабораториями. Если сравниваются окончательные результаты (которые были получены как среднее значение двух параллельных определений) для двух лабораторий, значения *R* должны быть выражены с 95 %-ной вероятностью как значения критической разности C_{95}, по отношению к среднему значению двух определений по следующей формуле

$$C_{95} = \sqrt{\left(R^2 - r^2\right)/2}. \quad (3)$$

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны:

- вся информация, необходимая для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если он известен;
- метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- все подробности проведения испытаний, не указанные в настоящем стандарте, или рассматриваемые как факультативные, а также подробная информация обо всех инцидентах, которые могли бы повлиять на результаты испытаний;
- полученные результаты испытаний или, если выполнены условия повторяемости, окончательный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Международные испытания с использованием метода, приведенного в настоящем стандарте, проводились с участием 21 лаборатории в 8 странах.

Испытания были организованы Федерацией ассоциаций масел, семян и жиров (FOSFA) в 1994 г. Полученные результаты подверглись статистическому анализу в соответствии с ISO 5725-2 для расчета данных по точности, которые приведены в таблице А.1.

Совместные испытания проводились на образцах соевого и подсолнечного масел, а именно:

- образцы от A до D: масло подсолнечное;
- образцы от E до H: соевое масло.

Таблица А.2 показывает предполагаемые средние значения для образцов, предоставленных аналитикам.

Таблица А.2 показывает также полученные фактические средние значения и пределы повторяемости, найденные при совместных испытаниях.

Т а б л и ц а А.1 – Статистические результаты

	Образец							
	A	B	C	D	E	F	G	H
Число лабораторий, которым были разосланы образцы	21	21	21	21	21	21	21	21
Число лабораторий, приславших результаты	18	18	18	18	17	18	18	18
Число лабораторий, результаты которых были приняты	11	14	14	14	12	15	15	15
Среднее значение млн$^{-1}$ (мг/кг)	1,55	392,6	1059,1	757,5	1,65	374,5	1043,4	808,8
Стандартное отклонение повторяемости s_r, млн$^{-1}$ (мг/кг)	0,09	10,06	20,43	24,9	0,39	8,31	25,8	18,9
Предел повторяемости r, млн$^{-1}$ (мг/кг)	0,26	28,2	57,2	69,8	1,09	23,3	72,2	52,9
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, млн$^{-1}$ (мг/кг)	0,58	22,1	73,3	55,9	0,65	26,9	55,9	48,2
Предел воспроизводимости, R млн$^{-1}$ (мг/кг)	1,62	61,8	205,2	156,4	1,83	75,4	156,6	135,1
Отношение R/r	6,1	2,2	3,6	2,2	1,7	3,2	2,2	2,6
Разброс принятых результатов	1–2,8	342,4–428,2	881–1214,1	588–873,7	0–3,1	326,2–447	896–1153,6	693–888,0

Т а б л и ц а А.2 − Сравнение предполагаемых и фактических средних значений и пределов повторяемости

Тип масла	Образец	Предполагаемое среднее значение	Среднее значение совместного испытания	Интерполированный предел повторяемости	Предел повторяемости совместного испытания
Подсолнечное масло	A	1,30	1,55	< 1,8	0,26
	B	384,8	392,6	74,8	28,2
	C	1100	1059,1	>202	57,2
	D	787	757,5	152	69,8
Соевое масло	E	1,17	1,65	<1,8	1,09
	F	361,4	374,5	70,4	23,3
	G	1028	1043,4	198	72,2
	H	779,6	808,8	151	52,9

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 661:1989 Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания	–	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

Библиография

[1] ISO 5555:1991 *Animal and vegetable fats and oils – Sampling* (Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб)

[2] ISO 5725:1986 *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests* (Прецизионность методов – Определение повторяемости и воспроизводимости стандартного метода по результатам межлабораторных испытаний)

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

[4] ISO 5725-2:1994 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method* [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2: Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]

УДК 543.544.3 МКС 67.200. 10 Н 69

Ключевые слова: масла растительные, жиры животные, технический гексан, остаточное содержание гексана

Редактор *Н.Н. Мигунова*

Корректор *М.В. Бучная*

Компьютерная верстка *Д. М. Кульчицкого*

Подписано в печать 24.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 50 экз. Зак. 3759.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru