

---

---

**Жиры и масла животные и растительные. Определение полициклических ароматических углеводородов методом донорно-акцепторной комплексной хроматографии в режиме онлайн и высокоэффективной жидкостной хроматографией (HPLC) с флуоресцентным обнаружением**

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons by on-line donor-acceptor complex chromatography and HPLC with fluorescence detection*

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R (Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 22959:2009(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22959:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Введение .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Сущность метода .....	2
5 Реактивы, материалы и стандарты .....	3
6 Аппаратура .....	5
7 Отбор проб и подготовка образцов для испытания .....	5
8 Подготовка образцов .....	6
9 Проведение испытания .....	7
9.1 Анализ HPLC .....	7
9.2 Идентификация РАН .....	7
10 Расчет отдельных РАН .....	8
11 Данные валидации метода .....	8
11.1 Точность .....	8
11.2 Внутрिलाбораторная прецизионность .....	8
11.3 Возврат .....	9
11.4 Динамический диапазон .....	9
11.5 Предел количественного анализа .....	9
12 Прецизионность .....	9
12.1 Международное межлабораторное испытание .....	9
12.2 Повторяемость .....	9
12.3 Воспроизводимость .....	9
13 Протокол испытания .....	9
Приложение А (информативное) Примеры отдельных частей системы HPLC .....	10
Приложение В (информативное) Пример рабочих условий для насосов системы HPLC .....	11
Приложение С (информативное) Пример рабочих условий термостата колонки и детектора системы HPLC .....	12
Приложение D (информативное) Пример программы автоматического дозатора системы HPLC .....	13
Приложение E (информативное) Соединение трубок в системе HPLC .....	14
Приложение F (информативное) Хроматограмма стандартного калибровочного образца .....	15
Приложение G (информативное) Прецизионность определения для подсолнечного масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг .....	16
Приложение H (информативное) Прецизионность определения для оливкового масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг .....	17
Приложение I (информативное) Прецизионность определения для соевого масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг .....	18
Приложение J (информативное) Прецизионность определения для кокосового масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг .....	19
Приложение K (информативное) Межлабораторное испытание .....	20
Библиография .....	22

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

ISO 22959 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Жиры и масла животные и растительные*.

[ISO 22959:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60a6cc36-7dba-4105-8a46-d9a85101c4b0/iso-22959-2009>

## Введение

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) образуются во время пиролизических процессов, таких как неполное сгорание органических веществ или имеют петрогенное происхождение (минеральные масла). Пищевые жиры и масла могут быть загрязнены из окружающей среды и/или на этапе обработки перед рафинированием. Присутствие ПАУ в жирах и маслах касается здоровья, поскольку эти соединения являются канцерогенными. Различные уровни содержания ПАУ наблюдаются в сырых пищевых маслах. Рафинирование масел (деодорирование, осветление, обработка на активированном угле) в соответствующих условиях сокращает содержание отдельных ПАУ в микрограммах на килограмм. Известные методы анализа ПАУ в пищевых жирах и маслах включают сложную и трудоемкую экстракцию и процедуры очистки, чтобы выделить ПАУ, присутствующие в очень маленьких концентрациях.

С помощью донорно-акцепторной комплексной хроматографии (ДАКХ) ПАУ можно экстрагировать из разных матриц. ПАУ являются донорами электронов ( $\pi$ -электронов), а сильное взаимодействие ПАУ со стационарной фазой – акцептором электронов – дает в результате ПАУ и элюирование (в массе) других компонентов масла. Настоящий международный стандарт устанавливает автоматический метод в режиме он-лайн определения ПАУ в пищевых маслах и жирах, который можно легко применять как практический анализ. Этот метод включает сочетание LC-LC очистительной колонки ДАКХ с аналитической колонкой для разделения. ПАУ количественно определяют с помощью флуоресцентного обнаружения.

По сравнению с более старыми методами данный автоматический метод в режиме он-лайн значительно сокращает количество используемого растворителя и сохраняет массу времени. Очистка на колонке ДАКХ происходит быстро и выполняется в течение прохождения предыдущей пробой анализа с помощью HPLC (высокоэффективной жидкостной хроматографии). Общее время анализа для одной пробы составляет порядка 90 мин, по сравнению с традиционными методами, занимающими от 8 ч до 10 ч. Более того, система может работать по 24 ч/сутки. Наконец, устраняются потери летучих ПАУ, например, при испарении растворителя. Пределы количественного анализа 0,1 мкг/кг отдельных ПАУ в методе ДАКХ сохраняются, причём автоматически вносится поправка на возможный неполный выход, поскольку калибровочные образцы подвергаются такой же обработке, как и анализируемые пробы. Система использует традиционное оборудование для HPLC.



# Жиры и масла животные и растительные. Определение полициклических ароматических углеводородов методом донорно-акцепторной комплексной хроматографии в режиме онлайн и высокоэффективной жидкостной хроматографией (HPLC) с флуоресцентным обнаружением

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (HPLC) для определения полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в пищевых жирах и маслах.

Этот метод был подтвержден для кокосового (CN), оливкового (OV), подсолнечного (SF), и соевого (BO) масла, и может применяться к другим маслам в зависимости от определения соответствующих параметров.

Самый низкий уровень определяемой концентрации ПАУ составляет 0,1 мкг/кг. Самое низкое из возможных количеств каждого ПАУ, который можно отличить от фонового шума, не определено. Подтвержденный диапазон концентраций, определяемых описанным методом, составляет от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг для каждого отдельного ПАУ. Для проб, содержащих (легкие) ПАУ в концентрации > 3,5 мкг/кг, возможно разбавление для приведения содержимого в подтвержденный диапазон концентраций. Также возможно отрегулировать диапазон калибровочных кривых. Однако определение концентраций выше 3,5 мкг/кг не подтверждено.

ПАУ, которые можно определить данным методом, включают: антрацен, фенантрен, флуорантен, пирен, кризен, бензо[а]антрацен, бензо[е]пирен, бензо[а]пирен, перилен, бензо[ghi]перилен, антантрен, дибензо[а,h]антрацен, коронен, индено[1,2,3-сd]пирелен, бензо[а]флуорантен, бензо[b]флуорантен, бензо[k]флуорантен.

## 2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения данного документа. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. В случае недатированных ссылок используется последняя редакция документа, на который дается ссылка (включая все изменения).

ISO 661, *Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для анализа*

## 3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

### 3.1

**полициклический ароматический углеводород**  
**polycyclic aromatic hydrocarbon**  
**ПАУ**

соединение, которое содержит два или более конденсированных (слитых) ароматических углеводородных колец, содержание которых можно определить по методу, установленному в данном международном стандарте.

**3.2**  
**легкий полициклический ароматический углеводород**  
**light polycyclic aromatic hydrocarbon**  
 соединение, содержащее от двух до четырех конденсированных (слитых) ароматических углеводородных колец

ПРИМЕРЫ

Соединение	No. CAS	Соединение	No. CAS	Соединение	No. CAS
аценафтен	83-32-9	бензо[е]пирен	192-97-2	нафталин	50-32-8
аценафтилен	208-96-8	кризен	218-01-9	фенантрен	85-01-8
антрацен	120-12-7	флуорантен	206-44-0	пирен	129-00-0
бензо[а]антрацен (1,2-бензоантрацен)	56-55-3	флуорен	86-73-7		

**3.3**  
**тяжелый полициклический ароматический углеводород**  
**heavy polycyclic aromatic hydrocarbon**  
 соединение, содержащее пять и более конденсированных (слитых) ароматических углеводородных колец

ПРИМЕРЫ

Соединение	No. CAS	Соединение	No. CAS	Соединение	No. CAS
бензо[а]пирен (1,2-бензопирен)	50-32-8	бензо[к]флуорантен	207-08-9	дibenzo[а,һ]антрацен (1,2,5,6- дibenзоантрацен)	53-70-3
бензо[а]флуорантен	203-33-8	бензо[ghi]перилен (1,12-бензоперилен)	191-24-2	индено[1,2,3-сd]пирен	193-39-5
бензо[Ь]флуорантен	205-99-2	коронен	191-07-1	перилен	198-55-0

**3.4**  
**содержание полициклических ароматических углеводородов**  
**polycyclic aromatic hydrocarbon content**  
 массовая доля полициклического ароматического углеводорода или смеси полициклических ароматических углеводородов в матрице

ПРИМЕРЫ Содержание отдельного полициклического ароматического углеводорода; содержание легкого полициклического ароматического углеводорода; содержание тяжелого полициклического ароматического углеводорода.

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание выражается как массовая доля в микрограммах на килограмм.

## 4 Сущность метода

Содержание ПАУ в пищевых маслах определяют посредством сочетания в режиме он-лайн донорно-акцепторной комплексной хроматографии (ДАСС) и HPLC с флуоресцентным обнаружением. Пробы масла элюируют через колонку с модифицированной стационарной фазой (колонка ДАСС), которая действует как акцептор электронов. Эта колонка будет удерживать ПАУ (доноры электронов) при взаимодействии  $\pi$ - $\pi$ . После элюирования масла ПАУ переносят в режиме он-лайн в аналитическую колонку с обратной фазой. Отдельные ПАУ обнаруживают при различных длинах волн. Время удерживания ПАУ используются для идентификации отдельных соединений. Уровни концентрации ПАУ в пробах масла рассчитывают по внешней калибровке.

## 5 Реактивы, материалы и стандарты

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — В данном методе применяются вредные вещества. Необходимо соблюдать обычную лабораторную технику безопасности. Все РАН считаются канцерогенными веществами. Поэтому важно, чтобы подготовка исходных растворов, стандартных разведений и образцов для калибровочной кривой (5.3) выполнялась преимущественно в лаборатории 2 класса. Кроме того, необходимо использовать защитные перчатки и халат на этих этапах. Загрязненную ткань и перчатки необходимо собирать в пластиковый пакет и герметично закрывать перед перемещением.

### 5.1 Реактивы.

5.1.1 **Ацетонитрил**, класса HPLC, массовая доля  $w[\text{C}_2\text{H}_3\text{N}] > 99,9 \%$ .

5.1.2 **Этилацетат**, класса HPLC, массовая доля  $w[\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2] > 99,8 \%$ .

5.1.3 **2-пропанол**, класса HPLC, массовая доля  $w[\text{C}_3\text{H}_8\text{O}] > 99,9 \%$ .

5.1.4 **Toluene**, класса HPLC, массовая доля  $w[\text{C}_7\text{H}_8] > 99,9 \%$ .

5.1.5 **Вода**, класса HPLC.

### 5.2 Стандартные образцы.<sup>1)</sup>

5.2.1 **Антрацен**, массовая доля  $w[\text{C}_{14}\text{H}_{10}] > 99 \%$ .

5.2.2 **Фенантрен**, массовая доля  $w[\text{C}_{14}\text{H}_{10}] > 99 \%$ .

5.2.3 **Флуорантен**, массовая доля  $w[\text{C}_{16}\text{H}_{10}] > 99 \%$ .

5.2.4 **Пирен**, массовая доля  $w[\text{C}_{16}\text{H}_{10}] > 99 \%$ .

5.2.5 **Кризен**, массовая доля  $w[\text{C}_{18}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.6 **Бензо [а]антрацен (1,2-бензоантрацен)**, массовая доля  $w[\text{C}_{18}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.7 **Бензо [е]пирен**, массовая доля  $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.8 **Бензо [а]пирен (1,2-бензопирен)**, массовая доля  $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.9 **Перилен**, массовая доля  $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.10 **Бензо [ghi]перилен (1,12-бензоперилен)**, массовая доля  $w[\text{C}_{22}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.11 **Антантрен**, массовая доля  $w[\text{C}_{22}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.12 **Дибензо[а, h]антрацене (1,2,5,6-дибензоантрацен)**, массовая доля  $w[\text{C}_{22}\text{H}_{14}] > 99 \%$ .

5.2.13 **Коронен**, массовая доля  $w[\text{C}_{24}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.14 **Индено[1,2,3-сd]пирен**, массовая доля  $w[\text{C}_{22}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.15 **Бензо[а]флуорантен**, массовая доля  $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.16 **Бензо[b]флуорантен**, массовая доля  $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

5.2.17 **Бензо[k]флуорантен**, массовая доля  $w[\text{C}_{20}\text{H}_{12}] > 99 \%$ .

1) IRMM (<http://www.irmm.jrc.be>) и Sigma-Aldrich (<http://www.sigmaaldrich.com>) являются подходящими поставщиками. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении данной продукции. Можно использовать продукцию других производителей, если при этом получаются такие же результаты.

**5.2.18 BCR аттестованный стандартный образец 458**, кокосовое масло, содержащее 6 ПАН.

### 5.3 Стандартные растворы.

**5.3.1 Стандартные растворы ПАН в толуоле**, массовая концентрация порядка 0,2 мг/мл. Берут навески с точностью до 0,01 мг, примерно 10 мг всех ПАН (5.2.1 - 5.2.17) в отдельные мерные колбы вместимостью 50 мл с одной меткой (6.7) и доводят до объема толуолом (5.1.4).

**5.3.2 Стандартный раствор ПАН в масле**, массовая доля порядка 125 мкг/кг. Готовят стандартный раствор ПАН в масле такого же типа (5.3.3), как и анализируемые пробы.

Переносят с помощью шприца (6.2), 10,0 мкл каждого стандартного раствора (5.3.1) в один флакон вместимостью 20 мл (6.1) с обжимной крышкой. Выдерживают, пока большая часть толуола не испарится, и берут навеску 16 г масла с точностью до 0,1 мг во флакон. Тщательно перемешивают.

**5.3.3 Приготовление мала, используемого для стандартных растворов (холостых и разбавленных)**. Взвешивают приблизительно 400 г (предпочтительно) рафинированного масла в круглодонной колбе вместимостью 1 л. Добавляют 20 г активированного угля<sup>2)</sup>, нагревают в течение 2 ч при температуре 90 °С в роторном испарителе под вакуумом, центрифугируют смесь и фильтруют надосадочную жидкость через фильтр с размером отверстий 0,45 мкм (6.3).

Анализируют масло, чтобы проверить фоновые ПАН, которые должны быть значительно меньше чем 0,1 мкг/кг. Если необходимо, уровень содержания легких ПАН можно понизить выпариванием в течение примерно 3 ч при температуре 240 °С с 3 % -ной объемной долей пара/час под давлением ниже 3 кПа.

**5.3.4 Образцы для калибровочной кривой ПАН**. Образцы калибровочной кривой готовят для масла такого же типа, как масло, которое подлежит анализу. Фон ПАН в используемом масле должен быть гораздо меньше 0,1 мкг/кг.

Готовят шесть калибровочных образцов путем взвешивания различных количеств стандартных растворов ПАН в масле (5.3.2) с точностью до 0,1 мг во флаконах вместимостью 20 мл с обжимной крышкой (6.1) и добавляют рафинированного масла (5.3.3) с точностью до 0,1 мг в соответствии с Таблицей 1.

**Таблица 1 — Количество стандартных растворов ПАН в масле и рафинированном масле для использования**

Образец для калибровочной кривой мкг/кг	Взвешенное количество стандартных растворов ПАН в масле мг	Общая масса после добавления рафинированного масла г
0,1	10,0	12,500 0
0,8	32,0	5,000 0
1,5	60,0	5,000 0
2,1	84,0	5,000 0
2,8	56,0	2,500 0
3,5	70,0	2,500 0

2) Norit® SA 4PAH и все другие типы активированного угля Norit® являются примером имеющейся в продаже подходящей продукции. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении данной продукции. Можно использовать продукцию других производителей, если при этом получаются такие же результаты.

Если ожидается, что уровень концентрации легких ПАУ в большинстве образцов, подлежащих анализу, больше 3,5 мкг/кг, регулируют диапазон калибровочной кривой. Однако, концентрации, превышающие 3,5 мкг/кг не подтверждены.

#### 5.4 Элюенты для анализа HPLC.

**5.4.1 Растворитель А:** ацетонитрил-вода (объемная доля ацетонитрила 85 %, воды 15 %). Смешивают 663 г ацетонитрила (5.1.1) и 150 г воды (5.1.5).

**5.4.2 Растворитель В:** ацетонитрил (5.1.1).

**5.4.3 Растворители С/Е:** этилацетат-ацетонитрил (объемная доля этилацетата 70 %, ацетонитрила 30 %). Смешивают 630 г этилацетата (5.1.2) и 234 г ацетонитрила (5.1.1).

**5.4.4 Растворитель D:** 2-пропанол (5.1.3).

## 6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

**6.1 Флаконы HPLC** с обжимными крышками, подходящие для автоматического дозатора.

**6.2 Шприцы**, вместимостью: 10 мкл; 250 мкл.

**6.3 Фильтры** <sup>3)</sup>, 0,45 мкм.

**6.4 Шприцы однократного использования**, 5 мл

**6.5 Система HPLC**, предпочтительно с нагреваемым автоматическим дозатором.

Для анализа пальмовых масел, кокосовых масел и затвердевших жиров, которые готовят в соответствии с 8.1.2, рекомендуется применять нагреваемый автоматический дозатор. Если такового не имеется, вводят приготовленную пробу немедленно в соответствии с 8.1.2.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Пример отдельных частей системы HPLC дается в Приложении А. Соединения трубок в системе HPLC даются в Приложении Е <sup>4)</sup>.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Примеры рабочих условий для отдельных частей системы HPLC даются в Приложениях В - D.

**6.6 Системы обработки данных хроматографии.**

**6.7 Мерная колба с одной отметкой и с пробкой**, вместимостью 50 мл, ISO 1042 <sup>[1]</sup> класс А.

## 7 Отбор проб и подготовка образцов для испытания

В лабораторию должна поступить репрезентативная проба. Она не должна быть повреждена или изменена в процессе транспортирования и хранения.

3) Dynagard DG 4P/110/200 является примером имеющейся в продаже подходящей продукции. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении данной продукции. Можно использовать продукцию других производителей, если при этом получаются такие же результаты.

4) Подходящие системы имеются в продаже у Dionex (<http://www.dionex.com>), Separations Analytical Instruments (<http://www.separations.nl>), Spark (<http://www.sparkholland.com>) и VWR-Hitachi (<http://www.vwr.com>). Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении данной продукции. Можно использовать продукцию других производителей, если при этом получаются такие же результаты.

Отбор проб не является частью метода, установленного в данном международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб дается в ISO 5555 [2].

Готовят пробу для анализа в соответствии с ISO 661.

## 8 Подготовка образцов

### 8.1 Стандартные калибровочные образцы.

#### 8.1.1 Жидкие масла.

Встряхивают стандартный калибровочный образец, чтобы полностью гомогенизировать его. Открывают крышку флакона и переносят стандартный калибровочный образец в шприц однократного использования (6.4), оснащенный фильтром 0,45 мкм (6.3). Фильтруют стандартный калибровочный образец в другой флакон (6.1) и закрывают флакон обжимной крышкой. Готовят три дополнительных стандартных калибровочных образца концентрацией 1,5 мкг/кг. Такие стандартные калибровочные образцы анализируют в первую очередь для приведения системы в равновесие.

#### 8.1.2 Пальмовое масло, кокосовое масло и затвердевшие жиры.

Чтобы предотвратить кристаллизацию, разбавляют кокосовое масло, используя коэффициент разбавления, как минимум 1, взяв в качестве холостой пробы подсолнечное масло (5.3.3). Разбавляют пальмовое масло, используя коэффициент разбавления 5, взяв в качестве холостой пробы подсолнечное масло (5.3.3). Коэффициент разбавления для затвердевших жиров зависит от йодного числа жира (степени затвердевания).

Нагревают пальмовое масло, кокосовое масло или затвердевший жир следующим образом.

Предварительно нагревают закрытый флакон с кокосовым или пальмовым маслом до температуры 60 °C на водяной бане или в сушильной печи в течение 20 мин. Встряхивают каждые несколько минут, чтобы гомогенизировать масло.

Затвердевшие жиры разбавляют теплым подсолнечным маслом (5.3.3), используя коэффициент разбавления от 1 до 5. Если один раз разбавленный жир снова закристаллизовался, используют подсолнечное масло в больших пропорциях. Выполняют предварительное испытание для затвердевших жиров, чтобы получить оптимальный коэффициент разбавления.

Взвешивают с точностью до 0,000 1 г, количество масла, соответствующее 1 мл теплой смеси жиров в флаконе (6.1).

**ПРИМЕЧАНИЕ** Относительные плотности различных масел приведены в Таблице 2.

Добавляют 125 мкл 2-пропанола (5.1.3) с помощью шприца (6.2) и закрывают флакон обжимной крышкой. Встряхивают стандартный калибровочный образец, чтобы гомогенизировать его. Открывают крышку флакона и переносят стандартный калибровочный образец в шприц однократного использования (6.4), оснащенный фильтром 0,45 мкм (6.3).

Фильтруют стандартный калибровочный образец в другой флакон (6.1) и закрывают флакон крышкой. Если отмечается кристаллизация, нагревают флакон со стандартным калибровочным образцом, пока образец снова не расплавится (см. 6.5).

**ВНИМАНИЕ!** — Если не имеется нагреваемого автоматического дозатора, вводят жидкую пробу сразу же. Флакон не должен оставаться в дозаторе.

Готовят три дополнительных стандартных калибровочных образца концентрацией 1,5 мкг/кг. Эти стандартные калибровочные образцы анализируют в первую очередь, чтобы привести систему в равновесие.