

---

---

**Жиры и масла животные и  
растительные. Определение  
содержания нерастворимых примесей**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of insoluble  
impurities content*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 663:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/494c9b0e-0289-434e-a31f-6019886977e6/iso-663-2007>

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



Ссылочный номер  
ISO 663:2007(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 663:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/494c9b0e-0289-434e-a31f-6019886977e6/iso-663-2007>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2007

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

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 663 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Жиры и масла животные и растительные*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 663:2000), которое было подвергнуто техническому пересмотру.



# Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания нерастворимых примесей

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания нерастворимых примесей в животных и растительных жирах и маслах.

Если в содержание нерастворимых примесей нежелательно включать мыла (особенно кальциевые мыла) или окисленные жирные кислоты, то необходимо использовать другие растворитель и методику. В этом случае должно быть достигнуто соглашение между заинтересованными сторонами.

## 2 Нормативные ссылки

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

ISO 661, Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания

## 3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

### 3.1

#### содержание нерастворимых примесей insoluble impurities content

количество загрязнений и других примесей, нерастворимых в *n*-гексане или петролейном эфире в условиях, установленных в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Содержание выражается в процентах по массе.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Эти примеси включают в себя механические примеси, минеральные вещества, углеводы, азотистые вещества, различные смолы, кальциевые мыла, окисленные жирные кислоты, лактоны жирных кислот и (частично) щелочные мыла, жирные оксикислоты и их глицериды.

## 4 Принцип

Пробу для анализа обрабатывают избытком *n*-гексана или петролейного эфира, затем полученный раствор фильтруют. Фильтр и остаток промывают тем же растворителем, затем сушат при 103 °C и взвешивают.

## 5 Реактивы

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ** — Необходимо обращать внимание на правила, определяющие обращение с опасными веществами. Следует выполнять технические и организационные мероприятия и меры по обеспечению персональной безопасности.

Используют реактивы только признанного аналитического качества.

**5.1** *n*-Гексан, или в случае его отсутствия, **петролейный эфир**, с пределами кипения от 30 °С до 60 °С и бромным числом менее 1.

Для любого растворителя остаток при полном выпаривании не должен превышать 0,002 г на 100 мл.

**5.2** **Кизельгур**, очищенный, кальцинированный, с потерей массы при 900 °С (красное каление) менее 0,2 % по массе.

## 6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

**6.1** **Аналитические весы**, с точностью до  $\pm 0,001$  г.

**6.2** **Электрический сушильный шкаф**, способный работать при  $103 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ .

**6.3** **Коническая колба**, вместимостью 250 мл, с притертой стеклянной пробкой.

**6.4** **Эксикатор**, содержащий эффективный осушитель.

**6.5** **Беззольная фильтровальная бумага** (максимальное содержание золы 0,01 % по массе); величина удерживания 98 %, по массе, для частиц размером более  $2,5 \text{ мкм}^1$ , или эквивалентный **фильтр из стекловолокна**, диаметром 120 мм, вместе с металлическим (желательно алюминиевым) или стеклянным **сосудом** с хорошо пригнанной крышкой.

Эти фильтры являются альтернативой фильтру (6.6) для всех продуктов, за исключением кислых масел.

**6.6** **Фильтровальный тигель Гуча**, стеклянный, со степенью пористости P16 (размер пор от 10 мкм до 16 мкм), диаметром 40 мм, вместимостью 50 мл, вместе со **склянкой для отсасывания**.

Этот фильтр является альтернативой фильтрам 6.5 для всех продуктов, включая кислые масла.

## 7 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 5555.

## 8 Подготовка пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

## 9 Методика

### 9.1 Проба для анализа

Взвешивают в конической колбе (6.3) с точностью до 0,01 г приблизительно 20 г пробы для испытания (Раздел 8).

---

<sup>1)</sup> Фильтровальная бумага Whatman 42 (2,5 мкм) или фильтр из стекловолокна Whatman GF/D являются примерами пригодных продуктов, имеющих в продаже. Эта информация дается только для удобства пользователей настоящего международного стандарта и не означает одобрения этих продуктов со стороны ISO.

## 9.2 Определение

**9.2.1** Сушат фильтровальную бумагу и сосуд (6.5) с крышкой или фильтровальный тигель Гуча (6.6) в сушильном шкафу (6.2), отрегулированном на температуру 103 °С. Оставляют для охлаждения в эксикаторе (6.4), затем взвешивают с точностью до 0,001 г. В случае кислого масла готовят тигель, как описано в 9.2.7, и продолжают, как указано в 9.2.2.

**9.2.2** Добавляют 200 мл *n*-гексана или петролейного эфира (5.1) в колбу, содержащую пробу для анализа (9.1). Закрывают колбу пробкой и встряхивают.

В случае касторового масла можно увеличить количество растворителя, и это может сделать необходимым использование колбы большей вместимости.

Оставляют постоять приблизительно при 20 °С в течение примерно 30 мин.

**9.2.3** Фильтруют через фильтровальную бумагу в соответствующей воронке или через фильтровальный фильтр Гуча, используя при необходимости склянку для отсасывания. Ополаскивают колбу для того, чтобы все примеси попали на фильтр/тигель.

Промывают фильтровальную бумагу или фильтровальный тигель Гуча небольшими количествами того же растворителя, который использовался в 9.2.2, но не более чем необходимо для того, чтобы конечный фильтрат был свободен от жира или масла. В случае необходимости нагревают растворитель до максимальной температуры 60 °С, чтобы растворить любой застывший жир, оставшийся на фильтре.

**9.2.4** В случае использования фильтровальной бумаги удаляют ее из воронки и помещают в сосуд. Дают возможность большей части растворителя, оставшегося в фильтровальной бумаге, испаряться на воздухе, и завершают испарение в сушильном шкафу, отрегулированном на 103 °С. Затем вынимают сосуд с фильтровальной бумагой из сушильного шкафа, закрывают сосуд крышкой, оставляют для охлаждения в эксикаторе (6.4) и взвешивают с точностью до 0,001 г.

**9.2.5** В случае использования фильтровального тигля Гуча дают возможность большей части растворителя, оставшегося в нем, испаряться на воздухе под тягой, и завершают испарение в сушильном шкафу, отрегулированном на 103 °С. Затем вынимают его из сушильного шкафа, оставляют для охлаждения в эксикаторе (6.4) и взвешивают с точностью до 0,001 г.

**9.2.6** Если требуется определить содержание органических примесей, необходимо использовать предварительно высушенную и взвешенную беззольную фильтровальную бумагу. В этом случае фильтровальная бумага, содержащая нерастворимые примеси, должна прокаливаться, а масса полученной золы вычитается из массы нерастворимых примесей.

Содержание органических примесей, выраженное в процентах по массе, затем рассчитывают, умножая эту разность масс на  $100/m_0$ , где  $m_0$  - масса пробы для анализа в граммах.

**9.2.7** В случае анализа кислого масла покрывают стеклянный фильтровальный тигель Гуча кизельгуром (5.2) следующим образом. В стеклянном стакане вместимостью 100 мл готовят суспензию, содержащую 2 г кизельгура и приблизительно 30 мл петролейного эфира (5.1). Наливают смесь в фильтровальный тигель под пониженным давлением, чтобы получить слой кизельгура на стеклянном фильтре.

Сушат подготовленный стеклянный фильтровальный тигель Гуча в течение 1 ч в сушильном шкафу (6.2), отрегулированном на 103 °С. Оставляют для охлаждения в эксикаторе (6.4) и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Выполняют два определения на пробах для анализа, отобранных от одной и той же пробы для испытания (Раздел 8).

## 10 Выражение результатов

Содержание нерастворимых примесей,  $w$ , выраженное в процентах по массе, равняется

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \%$$

где

$m_0$  масса пробы для анализа (9.1), в граммах;

$m_1$  масса сосуда с крышкой и фильтровальной бумагой или фильтровального тигля Гуча (см. 9.2.1), в граммах;

$m_2$  масса сосуда с крышкой и фильтровальной бумагой, содержащей сухой остаток (см. 9.2.4), или фильтровального тигля Гуча и сухого остатка (см. 9.2.5), в граммах.

Записывают результат с точностью до второго десятичного знака.

## 11 Прецизионность

### 11.1 Межлабораторные испытания

Подробности межлабораторных испытаний по определению прецизионности метода суммируются в Приложении А. Значения, полученные на основании этих межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

### 11.2 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 А.1.

### 11.3 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 А.1.

## 12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания вместе со ссылкой на этот международный стандарт;
- используемый растворитель;
- все подробности, не указанные в этом международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результаты испытания;
- полученный результат испытания или, в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат.



## Приложение А (информативное)

### Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания по определению содержания нерастворимых примесей в пальмовом, нерафинированном пальмовом и пальмоядровом маслах были организованы Федерацией ассоциаций по маслам, семенам и жирам (FOSFA) и выполнены в соответствии с ISO 5725-2.

Результаты представлены в Таблице А.1.

**Таблица А.1 — Результаты межлабораторных испытаний различных масел**

Проба	RDB пальмовый олеин	RDB пальмовое масло	Нерафинированное пальмоядровое масло	Нерафинированный пальмовый олеин	Рыбий жир-сырец	Нерафинированное пальмовое масло
Количество участвующих лабораторий	16	35	41	27	41	12
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	16	31	33	26	35	11
Количество результатов единичных испытаний всех лабораторий на каждую пробу	16	93	66	52	70	22
Среднее значение, %	0,004	0,008	0,012	0,016	0,021	0,025
Среднее квадратическое отклонение повторяемости, $s_r$	0,003	0,003	0,003	0,005	0,004	0,004
Коэффициент вариации повторяемости, %	57,1	41,1	22,4	30,5	20,4	14,8
Предел повторяемости, $r$ ( $s_r \times 2,8$ )	0,007	0,009	0,008	0,013	0,012	0,010
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, $s_R$	0,005	0,010	0,010	0,009	0,009	0,013
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	116,6	119,6	81,2	58,4	39,8	52,3
Предел воспроизводимости, $R$ ( $s_R \times 2,8$ )	0,014	0,027	0,028	0,026	0,024	0,037

## Библиография

- [1] ISO 5555:2001, *Жиры и масла животные растительные. Отбор проб*
- [2] ISO 5725-1:1994, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения*
- [3] ISO 5725-2:1994, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 663:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/494c9b0e-0289-434e-a31f-6019886977e6/iso-663-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/494c9b0e-0289-434e-a31f-6019886977e6/iso-663-2007>