
**Жиры и масла растительные.
Определение содержания веществ, не
растворимых в толуоле**

Vegetable fats and oils — Determination of toluene insoluble matter

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 28198:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>

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



Ссылочный номер
ISO 28198:2009(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 28198:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>



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 по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

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
Web 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 28198 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

ISO 28198:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>

Жиры и масла растительные. Определение содержания веществ, не растворимых в толуоле

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания веществ, не растворимых в толуоле (ТИМ), в лецитиновых композициях, которые указывают на присутствие примесей, таких как белок, остатки при экстракции, содержащие углеводы, и другие твердые загрязняющие примеси. Данный метод применим ко всем типам растительного лецитина.

Назначение настоящего метода – приспособить анализ лецитина к требованиям отдельных регламентов. Обычно лецитин [No. 322 в Международной системе нумерации пищевых добавок Кодекса (Codex International Numbering System for Food Additives) (INS)] является допустимой добавкой и определение содержания ТИМ входит в состав многих технических условий. Требование к чистоте продуктов относительно содержания ТИМ основано на заданном методе.

Канцерогенный бензол, который использовался в более старых методах, заменен на толуол.

2 Термины и определения

Применительно к этому документу используют следующие термины и определения.

2.1 вещества, не растворимые в толуоле toluene insoluble matter

ТИМ

$w_{\text{ТИМ}}$

количество веществ, не растворимых в толуоле в условиях, установленных в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание веществ, не растворимых в толуоле, выражается в виде массовой доли в граммах на 100 г.

3 Принцип

Пробу растворяют в толуоле и фильтруют через стеклянный фильтровальный тигель с определенным размером пор (Р 40). Нерастворимый осадок сушат при температуре $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и взвешивают.

Стеклянные фильтровальные тигли с другими размерами пор дают иные результаты и не должны использоваться.

4 Реактивы

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Следует обращать внимание на регламенты, устанавливающие правила обращения с опасными веществами. Необходимо соблюдать технические, организационные и персональные правила безопасности.

При анализе, если не указано иначе, используют только реактивы признанного аналитического качества и дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

4.1 Тoluол.

5 Аппаратура

5.1 Стекланный фильтровальный тигель Р 40¹⁾, вместимостью 30 мл, размером пор от 16 мкм до 40 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕ Для определения содержания ТИМ Совместный экспертный комитет FAO/WHO по пищевым добавкам (JECFA) рекомендует использовать фильтровальную воронку G3 пористостью от 16 мкм до 40 мкм (см. Ссылку [5]). Согласно ISO 4793^[1] пористость G3 (G2) обозначается как Р 40 (Р 100).

ВАЖНОЕ ПРИМЕЧАНИЕ — Чтобы очистить стекланные фильтровальные тигли наполняют ультразвуковую баню щелочным раствором, не содержащим фосфатов²⁾, для лабораторной стеклнной посуды объемной долей 10 %. Помещают стекланные фильтровальные тигли в ультразвуковую баню на 30 мин. Промывают тигли водой и при необходимости повторяют стадию очистки. Очищают стекланные фильтровальные тигли в лабораторной установке для очистки. Используют каждый фильтр максимум для 10 анализов, так как поры засоряются и не могут быть адекватно очищены после многократного применения.

5.2 Сушильный шкаф, способный поддерживать температуру (103 ± 2) °С.

5.3 Эксикатор, с силикагелем.

5.4 Стекланный химический стакан, вместимостью 150 мл, высокий.

5.5 Фильтровальная склянка.

5.6 Вакуумный насос (для фильтрования).

5.7 Аналитические весы.

5.8 Мерный цилиндр, вместимостью 50 мл.

5.9 Стекланные палочки разного размера.

6 Отбор проб

6.1 Общие положения

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться повреждению или изменению в период транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 5555^[2].

1) Фильтровальный тигель Duran[®] пористостью 3 и диаметром 36 мм является примером подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не означает одобрения этих продуктов со стороны ISO.

2) Раствор для очистки, не содержащий фосфатов, Extran[®] MA03 является примером подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не означает одобрения этих продуктов со стороны ISO.

6.2 Приготовление пробы для испытания

Нагревают пробу для испытания максимум до 60 °С, избегая местного перегрева, и гомогенизируют путем энергичного перемешивания. Указывают в протоколе испытания любую специфическую обработку пробы для испытания (фильтрование, плавление и т.д.).

7 Методика

7.1 Сушат стеклянный фильтровальный тигель в течение 1 ч при 103 °С в сушильном шкафу (5.2), оставляют для охлаждения до комнатной температуры в эксикаторе (5.3) и взвешивают (5.7) с точностью до 0,1 мг.

7.2 Из пробы для испытания (6.2) точно взвешивают (5.7) в химическом стакане (5.4) пробу для анализа массой примерно 10,00 г с точностью до 0,01 г.

Если содержание ТИМ значительно выше 0,3 % массовой доли, уменьшают массу пробы для анализа и отмечают подробности в протоколе испытания.

7.3 Растворяют пробу для анализа в 100 мл толуола при перемешивании стеклянной палочкой.

7.4 Фильтруют раствор через стеклянный фильтровальный тигель (5.1). Дважды промывают стакан порциями толуола по 25 мл и фильтруют точно также через стеклянный фильтровальный тигель.

7.5 Сушат фильтровальный тигель при 103 °С в сушильном шкафу (5.2) в течение 2 ч, оставляют для охлаждения до комнатной температуры в эксикаторе (5.3) и затем взвешивают (5.7) с точностью до 0,1 мг.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Чтобы избежать воздействия толуола, перед переносом тигля в сушильный шкаф дают возможность толуолу испаряться при температуре окружающей среды под местной вытяжной вентиляцией или сушат тигель в сушильном шкафу под тягой.

7.6 Затем помещают фильтровальный тигель в сушильный шкаф (5.2) на 30 мин, оставляют для охлаждения до комнатной температуры в эксикаторе (5.3) и затем взвешивают (5.7). Расхождение между полученной массой и массой, измеренной в 7.5, не должно превышать 0,5 мг, в противном случае повторяют процедуру сушки до получения постоянной массы. Если масса увеличивается, берут меньшее из измеренных значений.

8 Расчет

Содержание веществ, не растворимых в толуоле, $w_{\text{ТИМ}}$, в граммах на 100 г, определяют по формуле:

$$w_{\text{ТИМ}} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

где

m_0 масса пробы для анализа, в граммах;

m_1 масса тигля (7.1), в граммах;

m_2 масса тигля с осадком (7.5), в граммах.

Записывают результат с точностью до второго десятичного знака.

9 Прецизионность

9.1 Межлабораторное испытание

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

9.2 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, должно не более чем в 5 % случаев превышать значения r , приведенные в Таблицах А.1 и А.2.

9.3 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, должно не более чем в 5 % случаев превышать значения R , приведенные в Таблицах А.1 и А.2.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать по меньшей мере следующую информацию:

- a) полученный(е) результат(ы) испытания;
- b) используемый метод испытания вместе со ссылкой на этот международный стандарт; [ISO 28198:2009](#) [7719bf/iso-28198-2009](#)
- c) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- d) используемый метод отбора проб, если известен;
- e) все подробности, не указанные в этом международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания.

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода получена в результате проведения двух межлабораторных исследований, организованных Совместным комитетом по анализу жиров, масел, жиросодержащих и связанных с ними продуктов и сырья (GA Fett) и Международным обществом по лецитинам и фосфолипидам (ILPS). Эти исследования были проведены в 1997 и 2007 годах на трех и шести пробах соответственно. Испытание в 2007 году было проведено с использованием двух стеклянных фильтровальных тиглей с двумя различными размерами пор (P 40 и P 100). Результаты, полученные с использованием стеклянного фильтровального тигля P 40 и оцененные в соответствии с ISO 5725-1^[3] и ISO 5725-2^[4], приведены в Таблицах А.1 и А.2.

Таблица А.1 — Статистические результаты, полученные в 1997 году (стеклянный фильтровальный тигель P 40)

Проба неочищенного лецитина No.	1	2	3
Количество участвующих лабораторий, N	7	7	6
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	7	7	6
Количество индивидуальных результатов испытания во всех лабораториях для каждой пробы, n_z	14	14	12
Среднее, $\bar{w}_{\text{ТИМ}}$, г/100 г	0,290	0,140	0,430
Среднее квадратическое отклонение повторяемости, s_r , мг/100 г	0,020	0,020	0,020
Коэффициент вариации повторяемости, $CV(r)$, %	8,4	16,5	4,4
Предел повторяемости, r , г/100 г	0,070	0,070	0,050
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, s_R , мг/100 г	0,150	0,090	0,100
Коэффициент вариации воспроизводимости, $CV(R)$, %	50,8	63,4	22,7
Предел воспроизводимости, R , г/100 г	0,410	0,250	0,270

Таблица А.2 — Статистические результаты, полученные в 2007 году (стеклянный фильтровальный тигель P 40)

Проба неочищенного лецитина No	1	2	3	4	5	6
Количество участвующих лабораторий, N	14	14	12	14	14	13
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n	13	11	11	13	11	10
Количество индивидуальных результатов испытания во всех лабораториях для каждой пробы, n_z	26	22	22	26	22	20
Среднее, $\bar{w}_{\text{ТИМ}}$, г/100 г	0,051	0,027	0,371	0,060	0,062	0,025
Среднее квадратическое отклонение повторяемости, s_r , мг/100 г	0,007	0,004	0,057	0,0	0,012	0,007
Коэффициент вариации повторяемости, $CV(r)$, %	13,4	13,8	15,5	20,8	19,5	27,4
Предел повторяемости, r , г/100 г	0,019	0,010	0,161	0,035	0,034	0,019
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, s_R , мг/100 г	0,034	0,025	0,163	0,044	0,026	0,021
Коэффициент вариации воспроизводимости, $CV(R)$, %	66,5	94,6	43,8	73,1	41,8	86,3
Предел воспроизводимости, R , г/100 г	0,095	0,071	0,455	0,124	0,072	0,059

Следующий фильтровальный тигель Р 100 (G2) с размерами пор от 40 мкм до 100 мкм был испытан во втором межлабораторном исследовании. Эти результаты, оцененные в соответствии с ISO 5725-1^[3] и ISO 5725-2^[4], приведены в Таблице А.3. Вследствие более широкого размера пор результаты были намного ниже и недостаточны. Поэтому фильтровальный тигель Р 100 не рекомендуется для использования при определении содержания ТИМ (см. Раздел 3, абзац 2).

Таблица А.3 — Статистические результаты, полученные в 2007 году (стеклянный фильтровальный тигель Р 100)

Проба неочищенного лецитина No.	1	2	3	4	5	6
Количество участвующих лабораторий, <i>N</i>	14	13	14	14	14	13
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, <i>n</i>	11	12	14	9	12	10
Количество индивидуальных результатов испытания во всех лабораториях для каждой пробы, <i>n_z</i>	22	24	28	18	24	20
Среднее, $\bar{w}_{\text{ТИМ}}$, г/100 г	0,012	0,008	0,165	0,010	0,016	0,009
Среднее квадратическое отклонение повторяемости, <i>s_r</i> , мг/100 г	0,004	0,003	0,025	0,0	0,005	0,000
Коэффициент вариации повторяемости, <i>CV(r)</i> , %	36,1	34,6	15,2	0,00	28,1	0,0
Предел повторяемости, <i>r</i> , г/100 г	0,012	0,008	0,070	0,000	0,013	0,000
Среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, <i>s_R</i> , мг/100 г	0,010	0,011	0,087	0,007	0,013	0,009
Коэффициент вариации воспроизводимости, <i>CV(R)</i> , %	82,7	128,6	52,8	70,7	82,4	97,3
Предел воспроизводимости, <i>R</i> , г/100 г	0,027	0,030	0,244	0,020	0,037	0,025

(standards.iteh.ai)

ISO 28198:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86721f64-3da1-484f-88b8-2f32f87719bf/iso-28198-2009>