
**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
поглощения в ультрафиолетовом
свете, выраженное в виде удельной
экстинкции**

iTeh STA *Animal and vegetable fats and oils — Determination of ultraviolet
absorbance expressed as specific UV extinction*
(standards.iteh.ai)

ISO 3656:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>

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



Ссылочный номер
ISO 3656:2011(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 вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, 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, использованным 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 3656:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2011

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
Web www.iso.org

Опубликован 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, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав

ISO 3656 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 3656:2002), технически переработанное.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>

Введение

В настоящем международном стандарте описан метод определения поглощения света жирами и маслами в ультрафиолетовом спектре. Изменения поглощения в УФ-области рассматриваются как критерии качества, чистоты и аутентичности жиров и масел. Рафинирование ведет к образованию полидиенов и триенов и увеличению значений K_{232} and K_{268} , что затем указывает на наличие рафинированных масел. В результате окисления линолевой и линоленовой кислот образуются гидропероксиды с сопряженными двойными связями. Более того, наблюдается образование связи углерод-углерод либо связи углерод-кислород (α,β -ненасыщенные карбонильные соединения) как продуктов вторичного самоокисления. Все эти соединения ведут к увеличению поглощения в диапазоне от 225 нм до 325 нм.

В третьем издании данного международного стандарта допускалось определение поглощения в УФ-спектре на длине волны от 232 нм до 268 нм с использованием трех различных растворителей (изооктана, циклогексана или *n*-гексана). Однако известно, что сами растворители влияют на поглощение света растительными маслами в ультрафиолете на длине от 260 нм до 276 нм. Последние исследования показали, что измерение значений K_{268} и K_{270} для того же масла в изооктане или циклогексане дает значительно различающиеся результаты. В изооктане максимальные значения появляются в диапазоне от 267 нм до 268 нм, тогда как в циклогексане – от 268 нм до 269 нм. В стандартах ИОС для определения поглощения света оливковыми маслами первого отжима в ультрафиолетовом спектре установлены длины волн 232 нм и 270 нм.

Учитывая вышеприведенное, четвертое издание данного международного стандарта устанавливает метод измерения на длине волны 268 нм при использовании изооктана и 270 нм при использовании циклогексана. Кроме того, введено изменение удельной экстинкции, ΔK , для оливковых масел. Также в этом издании были учтены показатели прецизионности на основе нового совместного испытания.

[ISO 3656:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/450b40f6-8f12-4273-a086-5561c03208aa/iso-3656-2011>

Жиры и масла животные и растительные. Определение поглощения в ультрафиолетовом свете, выраженное в виде удельной экстинкции

1 Область применения

Данный международный стандарт устанавливает метод определения поглощения света животными и растительными жирами и маслами в ультрафиолетовой области спектра.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы необходимы для применения настоящего международного стандарта. Для жестких ссылок применяется только то издание, на которое дается ссылка. Для плавающих ссылок применяется самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

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

3 Термины и определения

ПРИМЕЧАНИЕ Общепринятая практика ISO/TC 34/SC 11, касающаяся использования обозначений, установленных в международном стандарте ISO 80000^[5], не допускается в данном международном стандарте. Используются обозначения, например, принятые в регламенте Комиссии (ЕЕС) No 2568/91^[6].

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

3.1

удельная экстинкция ($K_{232} - K_{268} - K_{270}$)
specific extinction

определение поглощения 1 г пробы, растворенной в 100 мл изооктана или циклогексана в 10 мм кювете, на установленной длине волны 232 нм, 268 нм и 270 нм

4 Принцип

Пробу растворяют в изооктане или циклогексане и методом спектрофотометрии определяют поглощение в установленном ультрафиолетовом диапазоне волн. Вычисляют удельный показатель поглощения на волне 232 нм и 268 нм в изооктане или 232 нм и 270 нм в циклогексане при концентрации 1 г на 100 мл в 10 мм кювете.

5 Реактивы

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

При проведении анализа, если не указано иное, используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Растворитель: изооктан (2,2,4-триметилпентан) для измерения на волне 232 нм и 268 нм или **циклогексан** для измерения на волне 232 нм и 270 нм, оптическая плотность которых менее 0,12 на волне 232 нм и менее 0,05 на волне 250 нм по сравнению с водой, при измерении в 10 мм кювете.

6 Аппаратура

Перед применением стеклянная посуда, используемая для определения, должна быть тщательно очищена и промыта растворителем (5.1), чтобы на ней не было загрязнений, плотность которых находится в диапазоне волн от 220 нм до 360 нм.

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью 25 мл, ISO 1042^[1] класс А.

6.2 Аналитические весы, с точностью взвешивания до 0,000 1 г.

6.3 Спектрометр, с кварцевыми кюветами с оптической длиной пути 10 мм, подходящие для измерений в ультрафиолетовой области (от 220 нм до 360 нм).

6.3.1 Общее требование. Перед использованием рекомендуется проверить шкалу длин волн и шкалу поглощающей способности в соответствии с 6.3.2 и 6.3.3.

6.3.2 Шкала длин волн. Проверяют шкалу длин волн, используя контрольный материал, состоящий из фильтра из оптического стекла, содержащего окись гольмия, который имеет четкие полосы поглощения. Контрольный материал предназначен для верификации и калибровки шкал длин волн спектрофотометров для видимой и ультрафиолетовой областей с номинальной шириной спектральной полосы 5 нм или менее. Фильтр из гольмиевого стекла используют для измерения в режиме поглощения в сравнении с раствором холостого опыта, в диапазоне длин волн от 640 нм до 240 нм. Для каждой ширины спектральной полосы (0,10, 0,25, 0,50, 1,00, 1,50, 2,00, и 3,00) проводят коррекцию базового уровня с пустым кюветным отделением. Длины волн ширины спектральной полосы приведены в сертификате к контрольному материалу¹⁾.

6.3.3 Шкала поглощающей способности. Проверяют шкалу поглощающей способности, используя контрольный материал, состоящий из четырех растворов бихромата калия в хлорной кислоте, находящихся в герметично закрытых кварцевых кюветах, для измерения линейности и фотометрической точности в ультрафиолетовой области. Заполненные бихроматом калия кюветы (40 мг/мл, 60 мг/мл, 80 мг/мл и 100 мг/мл) измеряют в сравнении с раствором холостого опыта с хлорной кислотой (см. Ссылку [7]). Фактические значения поглощающей способности приведены в сертификате к контрольному материалу¹⁾.

7 Отбор проб

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

Важно, чтобы лаборатория получила действительно представительную пробу, которая не была повреждена и не изменила своих свойств при транспортировке или хранении.

8 Приготовление пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

1) Подходящие гольмиевые фильтры и герметичные кюветы с бихроматом калия имеются в продаже, например, в Starna Scientific (www.starnascientific.com). Эта информация дается для удобства пользователей и не указывает на поддержку данного поставщика со стороны ISO.

Убедитесь, что проба является однородной и не содержит взвешенных примесей. Фильтруют масла, которые находятся в жидком состоянии при температуре окружающей среды, через бумагу при температуре приблизительно 30 °С. Гомогенизируют и фильтруют твердые жиры при температуре не более 10 °С выше их точки плавления.

9 Методика

9.1 Проба для анализа и приготовление испытуемого раствора

9.1.1 Отвешивают в 25 мл мерную колбу с точностью до 0,1 мг (6.2) некоторое количество пробы для испытания, обычно от 0,05 г до 0,25 г, необходимое для получения значений поглощающей способности в диапазоне от 0,2 до 0,8 (6.1).

9.1.2 K_{232}/K_{268} . При температуре окружающей среды растворяют пробу для анализа в нескольких миллилитрах изоктана (5.1) для определения удельной поглощающей способности на волне 232 нм и 268 нм, и затем доводят до метки тем же раствором. Тщательно перемешивают.

9.1.3 K_{232}/K_{270} . При температуре окружающей среды растворяют пробу для анализа в нескольких миллилитрах циклогексана (5.1) для определения удельной поглощающей способности на волне 232 нм и 270 нм, и затем доводят до метки тем же раствором. Тщательно перемешивают.

9.1.4 Убедитесь, что растворы, приготовлены в соответствии с 9.1.2 и 9.1.3, абсолютно чистые. Если имеет место молочный отлив или мутность, быстро фильтруют раствор через бумагу.

Если концентрация пробы для испытания в испытуемом растворе выше 1 г на 100 мл раствора, это следует указать в протоке испытания.

9.2 Определение

Промывают кварцевую кювету (6.3) три раза испытуемым раствором (9.1). Заполняют кювету испытуемым раствором и с помощью спектрометра (6.3) измеряют поглощающую способность в сравнении с раствором, используемым для разбавления, в диапазоне от волн от 220 нм до 360 либо непрерывно, либо с интервалом 1 нм или 2 нм, сокращая интервалы до 0,5 нм в зонах максимального и минимального поглощения.

ПРИМЕЧАНИЕ Возможно нет необходимости измерять поглощающую способность во всем диапазоне длин волн.

Если полученное значение поглощающей способности превышает 0,8, разбавляют испытуемый раствор в случае необходимости и повторяют определение.

10 Выражение результатов

10.1 Удельная экстинкция (коэффициенты экстинкции) при заданной длине волны

Удельную экстинкцию, K_λ (коэффициент экстинкции) при заданной длине волны, λ , рассчитывают по следующей формуле:

$$K_\lambda = \frac{E_\lambda}{c \cdot s}$$

где

E_λ экстинкция, измеренная на длине волны λ ;

c концентрация раствора, в граммах на 100 мл;

s длина пути кюветы, в сантиметрах.

Выражают результат до двух десятичных знаков.

10.2 Изменение удельной экстинкции, ΔK

Спектрофотометрический анализ оливкового масла в соответствии с Регламентом Комиссии (ЕЕС) No 2568/91^[6] включает также определение изменения удельной экстинкции, ΔK , по следующей формуле:

$$\Delta K = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

где K_m – удельная экстинкция на длине волны m , длина волны для максимального поглощения, которая зависит от применяемого раствора.

Результаты этого определения выражают для двух десятичных знаков.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания представлены в Приложении А. Возможно, что значения, полученные в результате этих межлабораторных испытаний неприменимы к диапазонам концентраций, отличным от представленных здесь.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух независимых определений, полученными одним и тем же методом на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же лаборантом, использующим одно и то же оборудование, в течение короткого интервала времени, не более чем в 5% случаев будет превышать общий предел повторяемости, r .

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между результатами двух независимых определений, полученными одним и тем же методом на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными лаборантами, использующими разное оборудование, не более чем в 5% случаев будет превышать общий предел воспроизводимости, R .

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на данный международный стандарт (ISO 3656:2011);
- d) любые рабочие детали, не указанные в данном международном стандарте, или считающиеся необязательными, а также подробности любых инцидентов, способных повлиять на результат(ы);
- e) полученный(е) результат(ы) испытаний;
- f) в случае проверки повторяемости, окончательный полученный и зарегистрированный результат.

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторного испытания

Межлабораторное испытание проводилось в 2009 г. в соответствии с международными стандартами ISO 5725-1^[3] и ISO 5725-2^[4] Международного Совета по оливковым маслам. В испытании приняли участие 22 лаборатории из семи стран. Результаты испытания приведены в Таблицах А.1 - А.6.

Таблица А.1 — Экстинкция в ультрафиолетовом спектре на длине волны 232 нм в изооктане

Параметр	Проба				
	А	В	С	Д	Е
Число участвующих лабораторий, n_p	21	22	22	22	22
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n_p	20	18	18	21	17
Число результатов испытаний во всех лабораториях, n_t	40	36	36	42	34
Средняя удельная экстинкция на волне 232 нм, \bar{K}_{232}	1,763	2,104	3,805	3,847	2,817
Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	0,026	0,013	0,016	0,036	0,019
Коэффициент изменения повторяемости, $C_{V,r}$, %	1,5	0,6	0,4	0,9	0,7
Предел повторяемости, r	0,072	0,035	0,043	0,101	0,054
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, s_R	0,077	0,069	0,016	0,036	0,069
Коэффициент изменения воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	4,4	3,3	4,6	5,5	2,5
Предел воспроизводимости, R	0,216	0,194	0,488	0,582	0,194

Таблица А.2 — Экстинкция в ультрафиолетовом спектре на длине волны 232 нм в циклогексане

Параметр	Проба				
	А	В	С	Д	Е
Число участвующих лабораторий, n_p	21	21	21	21	21
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n_p	18	20	20	21	21
Число результатов испытаний во всех лабораториях, n_t	36	40	40	42	42
Средняя удельная экстинкция на волне 232 нм, \bar{K}_{232}	1,758	2,122	3,827	3,863	2,789
Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	0,025	0,022	0,042	0,041	0,033
Коэффициент изменения повторяемости, $C_{V,r}$, %	1,4	1,0	1,1	1,1	1,2
Предел повторяемости, r	0,070	0,060	0,119	0,113	0,093
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, s_R	0,049	0,073	0,151	0,138	0,100
Коэффициент изменения воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	2,8	3,4	4,0	3,6	3,6
Предел воспроизводимости, R	0,138	0,204	0,424	0,386	0,279

Таблица А.3 — Экстинкция в ультрафиолетовом спектре на длине волны 268 нм в изооктане

Параметр	Проба				
	А	В	С	Д	Е
Число участвующих лабораторий, n_p	21	22	22	22	22
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n_p	20	18	20	17	20
Число результатов испытаний во всех лабораториях, n_t	40	36	40	34	40
Средняя удельная экстинкция на волне 268 нм, \bar{K}_{268}	0,124	0,425	1,140	0,450	0,598
Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	0,005	0,005	0,016	0,007	0,007
Коэффициент изменения повторяемости, $C_{V,r}$, %	4,0	1,2	1,4	1,5	1,1
Предел повторяемости, r	0,014	0,014	0,043	0,018	0,018
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, s_R	0,010	0,016	0,030	0,013	0,034
Коэффициент изменения воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	8,0	3,8	2,6	3,0	5,6
Предел воспроизводимости, R	0,028	0,045	0,083	0,038	0,094

Таблица А.4 — Экстинкция в ультрафиолетовом спектре на длине волны 270 нм в циклогексане

Параметр	Проба				
	А	В	С	Д	Е
Число участвующих лабораторий, n_p	21	21	21	21	21
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, n_p	20	19	20	20	17
Число результатов испытаний во всех лабораториях, n_t	40	38	40	40	34
Средняя удельная экстинкция на волне 270 нм, \bar{K}_{270}	0,128	0,430	1,120	0,450	0,589
Среднеквадратическое отклонение повторяемости, s_r	0,005	0,008	0,010	0,012	0,006
Коэффициент изменения повторяемости, $C_{V,r}$, %	4,0	2,0	1,0	2,6	1,1
Предел повторяемости, r	0,014	0,023	0,029	0,033	0,018
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости, s_R	0,011	0,016	0,027	0,014	0,015
Коэффициент изменения воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	8,5	3,7	2,4	3,2	2,5
Предел воспроизводимости, R	0,031	0,044	0,074	0,040	0,042