

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 12871

Первое издание
2010-05-01

Масла оливковые и оливковые масла из жмыха. Определение содержания алифатических спиртов методом капиллярной газовой хроматографии

*Olive oils and olive pomace oils — Determination of aliphatic alcohols
content by capillary gas chromatography*

ISO 12871:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>

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



Ссылочный номер
ISO 12871:2010(R)

© ISO 2010

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 12871:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2010

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

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	1
5 Реактивы	1
6 Аппаратура.....	3
7 Отбор проб.....	4
8 Подготовка пробы для испытания	4
9 Методика	4
9.1 Приготовление неомыляемого вещества	4
9.2 Разделение спиртовых фракций.....	5
9.3 Получение триметилсилиловых эфиров	6
9.4 Газовый хроматографический анализ.....	6
10 Прецизионность.....	8
10.1 Межлабораторное испытание	8
10.2 Повторяемость	8
10.3 Воспроизводимость	8
11 Протокол испытания.....	8
Приложение А (информативное) Определение линейной скорости газа	9
Приложение В (информативное) Результаты межлабораторного испытания	10
Библиография.....	11

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 12871 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

[ISO 12871:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>

Введение

Международный Совет по оливковому маслу (ИООС) — в настоящее время известный как Международный оливковый совет (ИОС) — опубликовал документ COI/T.20/Doc. 26:2003^[4], который является составной частью *Торговых норм, применяемых к оливковому маслу и оливковому маслу, полученному из жмыха*. Документ COI/T.20/Doc. 26 применялся к оливковому маслу и оливковому маслу, полученному из жмыха, и использовался для установления различия между рафинированным оливковым маслом однократного прессования и нерафинированным оливковым маслом из жмыха. Оливковый жмых представляет собой остаточную пасту, которая все еще содержит переменное количество воды и масла после прессования или центрифугирования.

В 2008 году Совет ИОС представил этот документ ISO/TC 34/SC 11 для одобрения в качестве международного стандарта.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12871:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010>

Масла оливковые и оливковые масла из жмыха. Определение содержания алифатических спиртов методом капиллярной газовой хроматографии

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает методику определения содержания алифатических спиртов в виде массовой доли, выраженной в миллиграммах на килограмм, в оливковом масле и в оливковом масле из жмыха.

ПРИМЕЧАНИЕ Этот международный стандарт разработан на основе документа COI/T.20/Doc. 26:2003^[4].

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. Приготовление пробы для испытания*

[ISO 12871:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cef63763-e273-49e9-a74c-727d3bfcf2b3/iso-12871-2010)

3 Термины и определения

12871-2010

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

3.1

содержание алифатических спиртов aliphatic alcohols content

суммарное количество алифатических спиртов с числом атомов углерода C_{22} , C_{24} , C_{26} , и C_{28} , в виде массовой доли, определенных в соответствии с методом, установленным в этом международном стандарте

4 Принцип

Омыляют масло, к которому был добавлен 1-эйкозанол в качестве внутреннего стандарта, этанольным раствором гидроксида калия и экстрагируют неомыляемое вещество диэтиловым эфиром. Отделяют спиртовую фракцию от неомыляемого вещества хроматографией на пластинке, покрытой основным силикагелем; превращают выделенные из силикагеля спирты в триметилсилиловые эфиры (TMSE) и анализируют их методом капиллярной газовой хроматографии.

5 Реактивы

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Выполняют любые местные регламентирующие правила, которые устанавливают требования к обращению с опасными веществами. Необходимо соблюдать технические, организационные и персональные меры безопасности.

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

5.1 Гидроксид калия, этанольный раствор, $c(\text{KOH}) \approx 2$ моль/л.

Растворяют при охлаждении 130 г гидроксида калия [$w(\text{KOH}) = 85$ % массовая доля, мин.] в 200 мл воды и доводят до 1 л этанолом. Хранят раствор в хорошо закупоренной склянке из светонепроницаемого стекла.

5.2 Гидроксид калия, этанольный раствор, $c(\text{KOH}) \approx 0,2$ моль/л.

Растворяют 13 г гидроксида калия в 20 мл воды и доводят до 1 л этанолом.

5.3 Диэтиловый эфир.

5.4 Безводный сульфат натрия.

5.5 Стеклопластинки, покрытые силикагелем, без флуоресцентного индикатора, толщиной 0,25 мм.

В продаже имеются готовые к употреблению пригодные пластинки.

5.6 Бензол, хроматографического качества.

5.7 Ацетон, хроматографического качества.

5.8 Гексан, хроматографического качества.

5.9 Диэтиловый эфир, хроматографического качества.

5.10 Хлороформ, хроматографического качества.

5.11 Эталонный раствор для тонкослойной хроматографии: 1-эйкозанол, раствор в хлороформе концентрацией 0,5 г/100 мл, или спиртовая фракция, полученная в 9.2 из неомыляемого вещества оливкового масла из жмыха.

5.12 2',7'-Дихлорфлуоресцеин в этаноле, раствор концентрацией 0,2 г/100 мл. Делают раствор слабо основным, добавляя несколько капель этанольного раствора гидроксида калия (5.1).

5.13 Безводный пиридин, хроматографического качества.

5.14 Гексаметилдисилазан (HMDS).

5.15 Триметилхлорсилан (TMCS).

5.16 Стандартные растворы триметилсилильных эфиров (TMSE), алифатических спиртов от C₂₀ до C₂₈. Готовят из смеси чистых спиртов непосредственно перед использованием.

5.17 Раствор внутреннего стандарта: раствор 1-эйкозанола в хлороформе массовой концентрацией 0,1 г/100 мл.

5.18 Газ-носитель: водород или гелий, газ хроматографического качества.

5.19 Вспомогательный газ: азот, газ хроматографического качества.

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и в частности следующая.

6.1 Круглодонная колба, вместимостью 250 мл, снабженная обратным холодильником с притертыми стеклянными шлифами.

6.2 Делительная воронка, вместимостью 500 мл.

6.3 Круглодонные колбы, вместимостью 250 мл.

6.4 Хроматографическая камера для тонкослойной хроматографии, пригодная для стеклянных пластинок размером 20 см × 20 см.

6.5 Ультрафиолетовая лампа, с длиной волны 366 нм или 254 нм.

6.6 Микрошприцы, вместимостью 100 мкл и 500 мкл.

6.7 Цилиндрическая фильтровальная воронка с пористой перегородкой G3 (пористостью от 15 мкм до 40 мкм), приблизительно следующих размеров: диаметр 2 см и глубина 5 см, с приспособлением для фильтрации под вакуумом и стеклянным шлифом 12/21.

6.8 Коническая колба для фильтрации под вакуумом, вместимостью 50 мл, стеклянным шлифом 12/21, который может быть установлен в фильтровальную воронку (6.7).

6.9 Пробирка, вместимостью 10 мл, с конусообразным дном и герметичной пробкой.

6.10 Газовый хроматограф, пригодный для использования с капиллярными колонками, оборудованный компонентами, указанными в 6.10.1 – 6.10.4.

6.10.1 Термостат колонки, способный поддерживать температуру в пределах ± 1 °C.

6.10.2 Инжектор с делителем потока, с регулированием температуры, испарителем из персиллильного стекла, или инжектор для ввода проб непосредственно в колонку.

6.10.3 Пламенно-ионизационный детектор.

6.10.4 Интегратор.

6.11 Капиллярная колонка из плавленого кварца, длиной от 20 м до 30 м, внутренним диаметром от 0,25 мм до 0,32 мм, с жидкой фазой SE-52 или SE-54¹⁾ либо эквивалентной, толщиной пленки от 0,10 мкм до 0,30 мкм.

6.12 Микрошприц для газовой хроматографии, вместимостью 10 мкл, с закаленной иглой.

6.13 Аналитические весы, с чувствительностью до 1 мг (с показанием 0,1 мг).

6.14 Эксикатор, с хлоридом кальция в качестве осушителя.

6.15 Сушильный шкаф.

1) SE-52 и SE-54 являются примерами подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не означает одобрения этих продуктов со стороны ISO.

7 Отбор проб

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 5555^[1].

Важно поставлять в лабораторию действительно представительную пробу, которая не была подвергнута порче или изменению во время транспортировки или хранения.

8 Подготовка пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

9 Методика

9.1 Приготовление неомыляемого вещества

9.1.1 С помощью микрошприца вместимостью 500 мкл (6.6) переносят в круглодонную колбу вместимостью 250 мл (6.1) такой объем раствора внутреннего стандарта (5.17), который содержит количество 1-эйкозанола примерно равное 10 %-ному содержанию алифатических спиртов в пробе для анализа. Например, к 5 г пробы добавляют 250 мкл раствора внутреннего стандарта в случае оливкового масла и 1 500 мкл в случае оливкового масла из жмыха.

Выпаривают досуха в потоке азота, затем взвешивают (6.13) точно 5,000 г сухой отфильтрованной пробы в той же колбе.

9.1.2 Добавляют 50 мл этанольного раствора гидроксида калия (5.1) концентрацией 2 моль/л, устанавливают обратный холодильник и осторожно кипятят на паровой бане, постоянно перемешивая на протяжении всего процесса нагревания, до омыления, т.е. до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. Продолжают нагревание еще в течение 20 мин и затем добавляют 50 мл воды через холодильник. Затем отсоединяют холодильник и охлаждают колбу примерно до 30 °С.

9.1.3 Количественно переносят содержимое колбы в делительную воронку вместимостью 500 мл (6.2), постепенно добавляя порциями примерно 50 мл воды. Добавляют приблизительно 80 мл диэтилового эфира (5.9), энергично встряхивают примерно 30 с и оставляют для отстаивания.

ПРИМЕЧАНИЕ Эмульсия расслаивается при распылении в делительной воронке небольших количеств диэтилового эфира или метанола.

Отделяют нижнюю водную фазу, собирая ее во вторую делительную воронку. Выполняют тем же самым способом еще два экстрагирования на водной фазе, используя каждый раз от 60 мл до 70 мл диэтилового эфира.

9.1.4 Объединяют экстракты диэтилового эфира в делительной воронке и промывают водой (по 50 мл за раз) до тех пор, пока промывные воды не дадут нейтральную реакцию по фенолфталеину.

Отбрасывают промывные воды, сушат безводным сульфатом натрия (5.4), фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 250 мл (6.3), которая была предварительно взвешена, и промывают воронку и фильтр небольшим количеством диэтилового эфира, который добавляют в общий раствор.

9.1.5 Отгоняют диэтиловый эфир до объема в несколько миллилитров, затем высушивают досуха под небольшим вакуумом или в потоке азота, завершая процесс сушки в сушильном шкафу (6.15), отрегулированном на температуру 103 °С, в течение примерно 10 мин; взвешивают (6.13) после охлаждения в эксикаторе (6.14).