
**Масла оливковые и оливковые масла
из жмыха. Определение содержания
воска методом капиллярной газовой
хроматографии**

*Olive oils and olive-pomace oils — Determination of wax content by
capillary gas chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12873:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35ede9d4-9154-4d34-8584-17d7924a33a5/iso-12873-2010>

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



Ссылочный номер
ISO 12873:2010(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 12873:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35ede9d4-9154-4d34-8584-17d7924a33a5/iso-12873-2010>



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

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 12873 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

[ISO 12873:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35ede9d4-9154-4d34-8584-17d7924a33a5/iso-12873-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35ede9d4-9154-4d34-8584-17d7924a33a5/iso-12873-2010>

Введение

Международный Совет по оливковому маслу (IOOC) — в настоящее время известный как Международный оливковый совет (IOC) — опубликовал документ COI/T.20/Doc. 18:2003^[4], который является составной частью *Торговых норм, применяемых к оливковому маслу и оливковому маслу, полученному из жмыха*. Документ COI/T.20/Doc. 18 применялся к оливковому маслу и оливковому маслу, полученному из жмыха, и использовался для установления различия между оливковым маслом, полученным либо прессованием, либо центрифугированием, и 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 IOC представил этот документ ISO/TC 34/SC 11 для одобрения в качестве международного стандарта.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12873:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35ede9d4-9154-4d34-8584-17d7924a33a5/iso-12873-2010>

Масло оливковое и оливковое масло из жмыха. Определение содержания воска методом капиллярной газовой хроматографии

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает методику определения содержания воска в виде массовой доли, выраженной в миллиграммах на килограмм, в оливковом масле и в оливковом масле из жмыха. Отдельные воски разделяют в зависимости от количества атомов углерода. Метод рекомендуется для установления различия между оливковым маслом, полученным либо прессованием, либо центрифугированием, и оливковым маслом из жмыха.

ПРИМЕЧАНИЕ Этот международный стандарт разработан на основе документа COI/T.20/Doc. 18/Rev.: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*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35ede9d4-9154-4d34-8584-17d7924a33a5/iso-12873-2010>

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются следующие термины и определения.

3.1

содержание воска

wax content

массовая доля веществ в пробе, определенных в соответствии с методом, установленным в этом международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание воска выражают в миллиграммах на килограмм.

4 Принцип

После добавления соответствующего внутреннего стандарта фракционируют масло с помощью хроматографии на колонке с гидратированным силикагелем. Выделяют элюированную в условиях испытания фракцию (которая имеет более низкую полярность, чем триглицериды) и анализируют 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 Силикагель, с размером частиц от 60 мкм до 200 мкм, приготовленный следующим образом: помещают силикагель в муфельную печь при температуре 500 °С по меньшей мере на 4 ч; оставляют для охлаждения, затем добавляют 2 % воды относительно массы используемого силикагеля; хорошо встряхивают для гомогенизации суспензии. Хранят в темноте по меньшей мере в течение 12 ч перед использованием.

5.2 *n*-Гексан, хроматографического качества.

5.3 Диэтиловый эфир, хроматографического качества.

5.4 *n*-Гептан, хроматографического качества.

5.5 Внутренний стандарт, раствор лауриларихидата в гексане, массовая концентрация 0,1 г/100 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ Также может быть использован пальмитилпальмитат или миристилстеарат.

5.6 Судан I (1-фенилазо-2-нафтол).

5.7 Газ-носитель: водород или гелий, хроматографического качества.

5.8 Вспомогательные газы: водород, не содержащий влаги и органических соединений, и синтетический воздух, газ хроматографического качества.

6 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и в частности следующая.

6.1 Колба Эрленмейера, вместимостью 25 мл.

6.2 Стеклоанная колонка для жидкостной хроматографии, диаметром 15,0 мм и длиной от 30 см до 40 см, с запорным краном.

6.3 Газовый хроматограф, пригодный для использования с капиллярной колонкой, оборудованный компонентами, указанными в 6.3.1 – 6.3.5.

6.3.1 Холодный инжектор для ввода проб непосредственно в колонку.

6.3.2 Термостат с программированием температуры.

6.3.3 Пламенно-ионизационный детектор.

6.3.4 Интегратор на основе компьютера.

6.3.5 Капиллярная колонка, из плавленого кварца, длиной от 8 м до 12 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.

6.4 Микрошприц для ввода проб непосредственно в колонку, вместимостью 10 мкл, с закаленной иглой.

6.5 Электрический встряхиватель.

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.

6.6 Роторный испаритель.

6.7 Муфельная печь.

6.8 Аналитические весы, с точностью взвешивания до 0,1 мг.

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 Подготовка хроматографической колонки

Готовят суспензию из 15 г силикагеля (5.1) в *n*-гексане (5.2) и переносят ее в хроматографическую колонку (6.2). Оставляют для самопроизвольного отстаивания. Для полноты отстаивания используют электрический встряхиватель (6.5), чтобы получить более однородные полосы на хроматограмме. Просачивают 30 мл *n*-гексана для удаления любых примесей. Взвешивают с точностью до 0,1 мг примерно 500 мг пробы в колбу Эрленмейера вместимостью 25 мл (6.1), добавляют соответствующее количество внутреннего стандарта (5.5) в зависимости от предполагаемого содержания воска. Добавляют 0,1 мг лауриларихидата в раствор внутреннего стандарта (5.5) в случае оливкового масла и от 0,25 мг до 0,50 мг в случае оливкового масла из жмыха.

Переносят пробу для анализа в хроматографическую колонку с помощью двух порций *n*-гексана по 2 мл.

Дают возможность растворителю вытекать до тех пор, пока его уровень не будет выше верхнего уровня адсорбента на 1 мм. Просачивают еще 70 мл *n*-гексана для удаления любых присутствующих *n*-алканов. Затем начинают элюирование, собирая 180 мл смеси 99 мл/100 мл *n*-гексана (5.2) и 1 мл/100 мл диэтилового эфира (5.3) со скоростью примерно 15 капель каждые 10 с. Проводят колоночную хроматографию при комнатной температуре.

Готовят свежую смесь *n*-гексана и диэтилового эфира каждый день.

Для визуальной проверки полноты элюирования восков добавляют 100 мкл раствора красителя Судан I (5.6) в концентрации 1 г/100 мл к раствору пробы для анализа. Краситель удерживается в хроматографической колонке между восками и триглицеридами. Поэтому после достижения красителем дна колонки приостанавливают элюирование, так как все воски извлечены.

Выпаривают полученную в результате фракцию в роторном испарителе (6.6) до тех пор, пока не будет почти полностью удален растворитель. Удаляют последние 2 мл растворителя в слабом потоке азота, затем добавляют от 2 мл до 4 мл *n*-гептана.

9.2 Газовый хроматографический анализ

9.2.1 Предварительная методика

Если колонка используется впервые, рекомендуется кондиционировать ее. Пропускают слабый поток газа через колонку, затем включают газовый хроматограф. Постепенно нагревают примерно в течение 4 ч до тех пор, пока не будет достигнута температура 350 °С.

Выдерживают эту температуру не менее 2 ч, затем приводят прибор к рабочим условиям (путем регулирования потока газа, пламени, температуры термостата колонки, детектора и т.д.). Регистрируют сигнал при чувствительности, которая по меньшей мере в два раза превышает чувствительность, требуемую для анализа. Базовая линия должна быть линейной, не иметь каких-либо пиков и дрейфа. Отрицательный прямолинейный дрейф указывает на утечку из соединений колонки, в то время как положительный дрейф указывает на неадекватное кондиционирование колонки.

9.2.2 Рабочие условия

Рекомендуются следующие рабочие условия.

- Температура колонки:
 - изотермическая при 80 °C в течение 1 мин,
 - повышают со скоростью 20 °C/мин до 240 °C,
 - повышают со скоростью 5 °C/ мин до 325 °C; 5 мин изотермическая при 325 °C,
 - повышают со скоростью 20 °C/ мин до 340 °C; 10 мин изотермическая при 340 °C;
- температура детектора: 350 °C;
- вводимый объем: 1 мкл раствора в *n*-гептане;
- газ-носитель: водород или гелий при оптимальной линейной скорости для выбранного газа (см. Приложение С).

Из-за высокой конечной температуры колонки 340 °C допускается положительный дрейф, но он не может превышать 10 % максимального значения шкалы.

Эти условия должны модифицироваться для соответствия характеристикам колонки и газового хроматографа, чтобы разделить все воски и получить удовлетворительное разделение пиков (см. Рисунок А.1). Время удерживания внутреннего стандарта должно составлять $8(18 \pm 3)$ мин, а наибольший представительный пик восков должен превышать 60 % максимального значения шкалы.

9.3 Выполнение анализа

С помощью микрошприца вместимостью 10 мкл (6.4) отбирают 1 мкл раствора; оттягивают поршень шприца до тех пор, пока игла не станет пустой. Вставляют иглу в инжектор и через 1 – 2 с быстро вводят. Примерно через 5 с медленно удаляют иглу. Проводят запись хроматограммы до тех пор, пока воски не будут полностью элюированы. Базовая линия всегда должна соответствовать требуемым условиям.

9.4 Идентификация пиков

Идентифицируют пики в зависимости от времен удерживания путем их сравнения со смесями восков с известными временами удерживания, анализируемыми в тех же самых условиях.

Хроматограмма восковой фракции оливкового масла однократного прессования представлена на Рисунке А.1.

10 Количественный анализ и выражение результатов

Определяют площади пиков, соответствующие внутреннему стандарту и алифатическим эфирам от C₄₀ до C₄₆, и рассчитывают содержание воска, w_w , в миллиграммах на килограмм масла, по формуле:

$$w_w = \left(\sum_i \frac{A_i m_{IS}}{A_{IS} m} \right) \times 1000$$

где

- A_i площадь пика каждого эфира от C_{40} до C_{46} включительно;
- A_{IS} площадь пика внутреннего стандарта;
- m_{IS} масса, в миллиграммах, добавленного внутреннего стандарта;
- m масса, в граммах, пробы для анализа.

Записывают сумму содержаний различных восков от C_{40} до C_{46} , в миллиграммах на килограмм, с точностью до первого десятичного знака.

При количественном определении относят компоненты к пикам эфиров от C_{40} до C_{46} с четным количеством атомов углерода (см. хроматограмму восковой фракции оливкового масла на Рисунке А.1). Если пик эфира C_{46} расщеплен, рекомендуется проанализировать восковую фракцию оливкового масла из жмыха, в которой пик C_{46} является преобладающим.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода приводят в Приложении В. Значения, полученные в результате проведения этого межлабораторного испытания, не могут быть применены к диапазонам концентрации и матрицам, отличным от указанных 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, должно не более чем в 5 % случаев превышать значения предела повторяемости, r , приведенные в Таблице В.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, должно не более чем в 5 % случаев превышать значения предела воспроизводимости, R , приведенные в Таблице В.1.

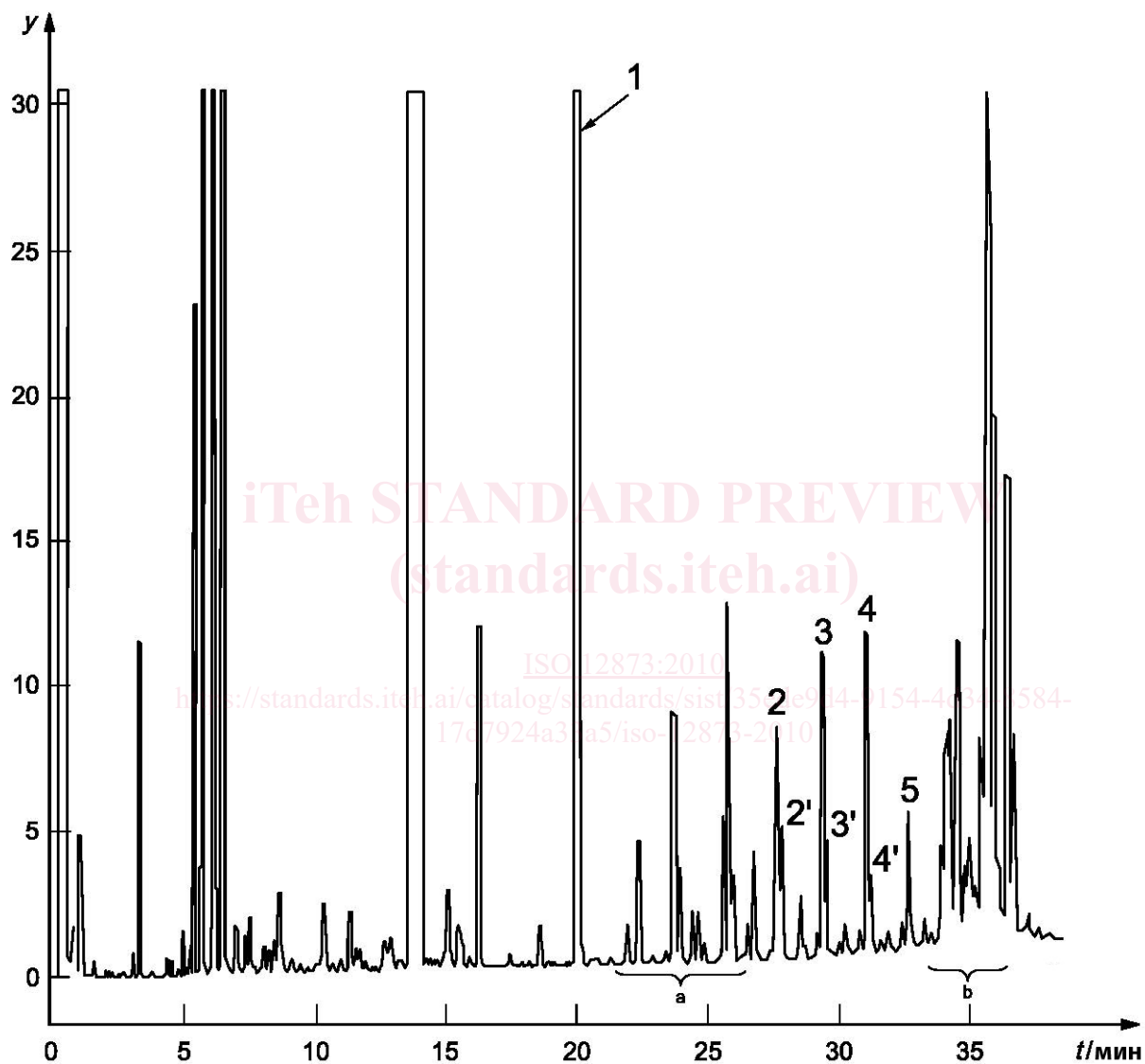
12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать, по меньшей мере, следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания вместе со ссылкой на этот международный стандарт (ISO 12873:2010);
- d) полученный(е) результат(ы) испытания;
- e) в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат;
- f) 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)

Хроматограмма



Обозначение

1	лауриларахидат	5	C ₄₆ эфиры
2, 2'	C ₄₀ эфиры	<i>t</i>	время
3, 3'	C ₄₂ эфиры	<i>y</i>	размер соответствующего пика, произвольные единицы
4, 4'	C ₄₄ эфиры		

ПРИМЕЧАНИЕ После элюирования эфиров стерола^b на газовой хроматограмме не должно быть каких-либо значительных пиков (триглицеридов).

a Дитерпиновые эфиры.

b Эфиры стерола и тритерпеновые спирты.

Рисунок А.1 — Хроматограмма восковой фракции оливкового масла