

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 17932

Второе издание
2011-09-15

Масло пальмовое. Определение ухудшения показателя обесцвечивания (DOBI) и содержания каротина

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai) *Palm oil — Determination of the deterioration of bleachability (DOBI) and carotene content*

ISO 17932:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/668a4510-1622-4e28-9f35-9bbf5e03e1f3/iso-17932-2011>

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



Ссылочный номер
ISO 17932:2011(R)

© ISO 2011

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17932:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/668a4510-1622-4e28-9f35-9bbf5e03e1f3/iso-17932-2011>



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

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода	1
5 Реагенты	2
6 Аппаратура	2
7 Отбор проб	3
8 Приготовление испытательного образца	3
9 Процедура	3
9.1 Общие положения	3
9.2 Навеска и приготовление испытательного раствора	4
9.3 Определение	4
10 Вычисление	4
11 Прецизионность	4
11.1 Межлабораторное испытание	4
11.2 Повторяемость	5
11.3 Воспроизводимость	5
12 Протокол испытания	5
Приложение А (информативное) Результаты межлабораторного испытания DOBI	6
Приложение В (информативное) Результаты межлабораторного испытания для определения содержания каротина	7
Библиография	8

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

Международный стандарт ISO 17932 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Это второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 17932:2005), которое было технически рассмотрено.

Масло пальмовое. Определение ухудшения показателя обесцвечивания (DOBI) и содержания каротина

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод для определения ухудшения показателя обесцвечивания (DOBI) неочищенного пальмового масла и содержания каротина в сыром или обесцвеченном пальмовом масле и их фракциях методом спектрометрического анализа в ультрафиолетовом и видимом диапазоне спектра.

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/IEC 17025, *Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий*

ISO Guide 34, *Общие требования к компетентности производителей стандартных образцов*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/668a4510-1622-4e28-9f35-9bbf5e03e1f3/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/668a4510-1622-4e28-9f35-9bbf5e03e1f3/iso-17932-2011)

[17932-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/668a4510-1622-4e28-9f35-9bbf5e03e1f3/iso-17932-2011)

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения

3.1

ухудшение показателя обесцвечивания

deterioration of bleachability index

DOBI

$I_{\text{ДОВ}}$

отношение оптической плотности испытуемого образца при 446 нм к оптической плотности при 269 нм, определенное спектрометрически в ячейке с длиной оптического пути 10 мм (1 см)

ПРИМЕЧАНИЕ DOBI выражают до одного десятичного знака без размера.

3.2

содержание каротина в растительном масле

carotene content of vegetable oil

w_c

массовая доля β -каротина в масле

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание каротина в растительном масле выражено в миллиграммах на килограмм.

4 Сущность метода

Гомогенизированную пробу растворяют в изооктане и оптическую плотность измеряют спектрометрически при

446 нм и 269 нм. Значение DOBI определяется отношением оптической плотности при 446 нм к оптической плотности при 269 нм. Данное испытание определяет степень простоты рафинирования необработанного пальмового масла. Низкое значение DOBI может указывать на трудность рафинирования масла до низкого цвета по шкале Ловибонда. Оптическая плотность при 446 нм используется для вычисления содержания каротина.

5 Реагенты

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Обращается внимание на правила обращения с опасными веществами. Должны соблюдаться технические, организационные и индивидуальные меры безопасности.

Для анализа используются реагенты только признанной аналитической чистоты и дистиллированная или деминерализованная вода, если нет иных указаний.

5.1 Растворитель: изооктан (2,2,4-триметилпентан), имеющий оптическую плотность меньше 0,12 при 230 нм и меньше 0,05 при 250 нм по сравнению с водой при измерении в ячейке с длиной оптического пути 10 мм (1 см).

6 Аппаратура

Стеклопосуда, применяемая для определения, перед использованием должна быть тщательно очищена и промыта растворителем (5.1), так чтобы она не имела никаких примесей, имеющих оптическую плотность в диапазоне длин волн от 220 нм до 500 нм.

Обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

6.1 Спектрометр, обеспечивающий исследование в ультрафиолетовом и видимом диапазоне и использование кварцевой кюветы с длиной оптического пути 10 мм (1 см) и предпочтительно оснащенный самописцем.

Перед использованием рекомендуется, чтобы шкалы длин волн и оптической плотности спектрометра были проверены следующим образом.

а) **Шкала длин волн:** Ее можно проверять, используя эталонный материал, состоящий из оптического стеклянного фильтра с оксидом гольмия, который имеет четкие полосы поглощения. Эталонный материал предназначен для верификации и калибровки шкал длин волн спектрофотометров видимого и ультрафиолетового диапазонов, имеющих номинальную ширину диапазона 5 нм или меньше. Измеряют оптическую плотность фильтра из гольмиевого стекла относительно холостой воздушной пробы в диапазоне длин волн от 640 нм до 240 нм. Для каждой спектральной ширины полосы (0,10 – 0,25 – 0,50 – 1,00 – 1,50 – 2,00 и 3,00) выполняют базисную коррекцию посредством держателя пустой кюветы. Длины волн для ширины спектральной полосы приводятся в сертификате эталонного материала¹. Все процедуры должны проводиться согласно ISO/IEC 17025 и ISO Guide 34.

¹ Starna Scientific Ltd (www.starna.com) является примером поставщика подходящих гольмиевых светофильтров и герметичных кювет из дихромата калия, доступных для приобретения. Эта информация дается только для удобства пользователей настоящего документа и не является рекомендацией ISO для этих продуктов.

b) **Шкала оптической плотности:** Для проверки точности ординаты можно использовать вторичные калибровочные эталоны. Набор эталонов, состоящих из серых стеклянных фильтров², обеспечивает номинальные значения оптической плотности, A, 0,3A, 0,5A и 1,0A соответственно. Показания ординаты фильтров измеряют при каждой выбранной длине волны и полученные данные сравнивают со значениями, приведенными в сертификате вторичных калибровочных эталонов.

В качестве альтернативы можно приготовить раствор хромата калия с концентрацией 200 мг/л³ в растворе гидроксида калия с концентрацией 0,05 моль/л. Перенести 25 мл этого раствора в мерную колбу емкостью 500 мл и разбавить до метки дополнительным раствором гидроксида калия с концентрацией 0,05 моль/л. Оптическая плотность этого раствора, измеренная в кювете толщиной 10 мм при 275 нм относительно раствора гидроксида калия с концентрацией 0,05 моль/л, должна быть $0,200 \pm 0,005$.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Хромат калия является очень токсичным, опасным для окружающей среды и канцерогенным при вдыхании. Нужно соблюдать регламент, который устанавливает процедуры обращения с токсическими и опасными веществами и их удаления. Пользователи должны знать и соблюдать технические, организационные и персональные меры безопасности.

6.2 Парные кварцевые кюветы, длиной оптического пути 10 мм (1 см), подходящие для измерений в ультрафиолетовом и видимом диапазонах длин волн.

6.3 Мерная колба, вместимостью 25 мл, ISO 1042^[1], класс A.

6.4 Аналитические весы, обеспечивающие считывание с точностью до 0,001 г.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в этом международном стандарте. Рекомендованный метод отбора проб дан в ISO 5555^[2].

В лабораторию следует отправлять представительную пробу. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортировки или хранения.

При отборе и хранении проб должна быть обеспечена защита от яркого света и высоких температур, пробы помещают в стеклянные контейнеры, которые заполняют целиком и герметично закрывают притертыми стеклянными или воощеными корковыми пробками.

8 Приготовление испытательного образца

Испытательный образец готовят согласно ISO 661.

9 Процедура

9.1 Общие положения

Прежде чем взять навеску, пробу растапливают при 60 °C до 70 °C и тщательно гомогенизируют. Фильтруют через фильтровальную бумагу быстрой фильтрации [Whatman No. 1⁴], если проба содержит примеси и непрозрачна.

² Подходящим поставщиком является PerkinElmer Ltd. Эта информация дается только для удобства пользователей настоящего документа и не является рекомендацией ISO для этого поставщика.

³ NIST 935a является примером продукта, доступного для приобретения. Эта информация дается только для удобства пользователей настоящего документа и не является рекомендацией ISO для названного продукта.

⁴ Пример подходящего продукта, доступного для приобретения. Эта информация дается только для удобства пользователей настоящего документа и не является рекомендацией ISO для этого продукта. Можно использовать аналогичные продукты, если известно, что они дают такие же результаты.

9.2 Навеска и приготовление испытательного раствора

В мерную колбу емкостью 25 мл (6.3) отвешивают с точностью 0,1 мг примерно 0,1 г до 0,5 г испытательного образца (Раздел 8), достаточных для получения значений оптической плотности от 0,2 до 0,8 (6.3).

Растворяют навеску в нескольких миллилитрах изооктана (5.1) при температуре окружающей среды и затем дополняют до метки тем же самым растворителем. Тщательно перемешивают.

9.3 Определение

Трижды промывают кварцевую ячейку (6.2) испытательным раствором (9.2). Наполняют одну кювету испытательным раствором и вторую парную кювету изооктаном (5.1). Измеряют оптическую плотность испытательного раствора относительно растворителя посредством спектрометра (6.1) при длинах волн 446 нм и 269 нм. Если необходимо, разбавляют первоначальный испытательный раствор (9.2) до измеряемого раствора и снимают дальнейшие показания, так чтобы наблюдаемые оптические плотности были между значениями оптической плотности (0,2 и 0,8).

10 Вычисление

10.1 Ухудшение показателя обесцвечивания (DOBI), I_{DOB} , вычисляют следующим образом:

$$I_{\text{DOB}} = \frac{A_{446}}{A_{269}}$$

где

A_{446} оптическая плотность при 446 нм;

A_{269} оптическая плотность при 269 нм.

Результаты выражают до одного десятичного знака. [ISO 17932:2011](#)

10.2 Вычисляют полное содержание каротина, w_c , в масле как β -каротин, в миллиграммах на килограмм, используя следующую формулу: [17932-2011](#)

$$w_c = \frac{383 \Delta A}{l \rho}$$

где

383 = $10^6/2 \cdot 610$, в котором 2 610 процентный коэффициент поглощения раствора β -каротина в изооктане при 446 нм;

ΔA измеренная разность в поглощении, A , между раствором образца и растворителем (5.1);

l длина оптического пути, в сантиметрах, кюветы;

ρ концентрация, в граммах на 100 мл, используемая для измерения поглощения.

Результаты выражаются с точностью до ближайшего целого числа.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторное испытание

Детали межлабораторного испытания прецизионности данного метода для определения DOBI и содержания каротина приведены в Приложении А и Приложении В соответственно. Возможно, что значения, полученные в этом межлабораторном испытании, не применимы для других диапазонов концентраций и матриц, которые здесь не указаны.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами единичных испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном испытываемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим одно и то же оборудование, в течение короткого интервала времени, не превышает значения r , приведенные в Таблице А.1 и Таблице В.1, более чем в 5 % случаев.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя независимыми результатами единичных испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном испытываемом материале в разных лабораториях разными операторами, использующими разное оборудование, не превышает значения R приведенные в Таблице А.1 и Таблице В.1, более чем в 5 % случаев.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать как минимум следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- b) используемый метод отбора проб, если известно;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на этот международный стандарт (ISO 17932:2011);
- d) все рабочие детали, не установленные в этом методе или рассматриваемые как необязательные, а также все инциденты, которые могли повлиять на результаты;
- e) полученный результат испытаний;
- f) если проверялась повторяемость, окончательный полученный результат, который был указан.

[ISO 17932:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/668a4510-1622-4e28-9f35-9bbf5e03e1f3/iso-17932-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/668a4510-1622-4e28-9f35-9bbf5e03e1f3/iso-17932-2011>

Приложение А (информативное)

Результаты межлабораторного испытания DOBI

Международное объединенное испытание, в котором использовалось шесть образцов пальмового масла, было организовано Министерством стандартов Малайзии (DSM) в 2003 согласно ISO 5725-1^[3] и ISO 5725-2^[4]. См. Таблицу А.1.

Таблица А.1 – Данные о прецизионности для значения DOBI

Параметр	Образец					
	СРО1	СРО2	СРО3	СРО4	СРО5	СРО6
Количество участвующих лабораторий	14	14	14	14	14	14
Количество лабораторий после исключения выбросов	13	14	13	14	11	12
Количество испытаний во всех лабораториях	37	40	38	39	31	34
Среднее значение	2,43	2,42	2,04	2,01	3,49	3,48
Стандартное отклонение повторяемости, s_r	0,04	0,05	0,04	0,03	0,04	0,06
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,7	2,1	1,9	1,7	1,2	1,8
Предел повторяемости, r	0,12	0,14	0,11	0,09	0,12	0,18
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R	0,12	0,16	0,09	0,12	0,13	0,12
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	4,8	6,7	4,4	5,7	3,6	3,3
Предел воспроизводимости, R	0,32	0,45	0,25	0,32	0,35	0,32