

---

---

**Жиры и масла животные и  
растительные. Определение  
микроэлементов методом оптической  
эмиссионной спектроскопии с  
индуктивно-связанной плазмой**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of trace elements  
by inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP-OES)*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/TS 21033:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011>

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



Ссылочный номер  
ISO/TS 21033:2011(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/TS 21033:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-0d38482a3b01/iso-ts-21033-2011>



**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 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://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, 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 работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые 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.

При других обстоятельствах, особенно когда существует срочная потребность рынка в таких документах, технический комитет может принять решение о публикации других типов нормативного документа:

- общедоступные технические условия ISO (ISO/PAS) представляют собой соглашение между техническими экспертами в рабочей группе ISO и принимаются к публикации после одобрения более чем 50 % членов основного комитета, участвующих в голосовании;
- технические условия ISO (ISO/TS) представляют собой соглашение между членами технического комитета и принимаются к публикации после одобрения 2/3 членов комитета, участвующих в голосовании.

ISO/PAS или ISO/TS пересматриваются каждые три года для принятия решения либо о продлении их действия на следующие три года, либо о переработке для придания им статуса международного стандарта, либо о прекращении срока действия. Если принимается решение о продлении действия ISO/PAS или ISO/TS, они снова пересматриваются через следующие три года и тогда должны быть или преобразованы в международный стандарт или отменены.

Обращается внимание на то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав.

ISO/TS 21033 были разработаны Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 1711, *Животные и растительные жиры и масла*.



# Жиры и масла животные и растительные. Определение микроэлементов методом оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой

## 1 Область применения

Настоящие технические условия устанавливают метод оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ICP-OES) для определения содержания микроэлементов в маслах. Применяя различные растворители для разбавления, можно анализировать большинство типов растительных масел (сырые, дегуммированные, рафинированные, отбеленные, дезодорированные и закаленные масла) и почти все типы лецитинов и фосфолипидов.

Эта процедура пригодна только в том случае, когда элементы присутствуют в водорастворимой форме. Мелкие частицы, такие как отбеливающая земля, металлический порошок и ржавчина, дают плохое восстановление присутствующих микроэлементов из-за проблем распыления и атомизации, влияющих на анализ ICP-OES.

ПРИМЕЧАНИЕ Единственным подходящим прямым методом без озоления для анализа проб, содержащих мелкие частицы, является атомно-абсорбционная спектроскопия в графитовой печи.

## 2 Нормативные ссылки [ISO/TS 21033:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513-)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7501add6-9650-41bf-a513->

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. Подготовка пробы для испытания*

## 3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

### 3.1

**микроэлемент**

**trace element**

элемент, присутствующий в очень низких концентрациях

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание микроэлементов выражается в миллиграммах на килограмм.

## 4 Принцип

Разбавленные растворителем растительные масла анализируют для определения микроэлементов посредством прямой аспирации. Жидкие пробы распыляют и переносят потоком газа в источник возбуждения. Количество атомов определяют, измеряя специфические эмиссионные линии,

производимые атомами, которые распадаются при переходе электронов с более высоких энергетических уровней.

## 5 Реактивы

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Обращается внимание на национальные регламенты, которые определяют работу с опасными веществами и соответствующие обязанности пользователей. Следует соблюдать технические, организационные и индивидуальные меры безопасности.

Если не указано иначе, используются реактивы, определенные в ISO 6353-2<sup>[4]</sup> и ISO 6353-3<sup>[5]</sup>, в случае отсутствия данных, используются реактивы признанной аналитической чистоты.

5.1 1-бутанол, ISO 6353-3<sup>[5]</sup>.

5.2 Керосин.

5.3 Ксилол, ISO 6353-3<sup>[5]</sup>.

5.4 Стандартные образцы элементов, присутствующие в растворе в виде органических растворимых материалов<sup>1)</sup>. Можно использовать многоэлементные стандартные образцы.

5.5 Базовое масло [базовое масло 20 или базовое масло 75 из Accu-Standard<sup>1)</sup>], можно использовать для контроля используемого холостого масла и при необходимости для разбавления стандартных растворов.

## 6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой.

6.2 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,001 г и отображение на экране 0,000 1 г.

6.3 Сушильный шкаф, поддерживающий температуру  $(60 \pm 2)$  °C.

6.4 Наклонный настольный миксер.

6.5 Мерные колбы, вместимостью 100 мл.

## 7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода, установленного в этих технических условиях. Рекомендованный метод отбора проб приведен в ISO 5555<sup>[1]</sup>.

Важно, чтобы лаборатория получила действительно представительную пробу, которая не была повреждена или не изменилась во время транспортировки или хранения.

---

1) SPEX и Accu-Standard являются примерами подходящих продуктов, имеющихся в продаже. Эта информация дается только для удобства пользователей данного документа и не является рекомендацией ISO для этих продуктов.

## 8 Приготовление пробы для испытания

Пробы для испытания готовят согласно ISO 661, за исключением того, что эти пробы не надо отбеливать.

## 9 Процедура

### 9.1 Общие положения

**9.1.1** Твердые пробы расплавляют при температуре приблизительно на 10 °C выше их температуры плавления и перемешивают для разбавления. Разбавленную пробу поддерживают теплой и контролируют на протяжении всего анализа для гарантии, что она остается в виде раствора. Максимальная температура для анализа затвердевших жиров 60 °C.

**9.1.2** Все пробы, стандартные и холостые образцы разбавляют (до одинаковых объемных долей) 1-бутанолом (керосином или ксилолом), чтобы уменьшить вязкость масла для лучшего распыления. Некоторые пробы лучше растворяются в 1-бутаноле, чем в других реактивах.

1-бутанол предпочтителен, так как он имеет более высокую влагостойкость и обеспечивает по сравнению с керосином более высокую скорость течения при высоком давлении без погашения горелки. Повышенная влагостойкость позволяет проводить анализ сырых масел и лецитинов без разделения фаз. Более высокая скорость течения обеспечивает улучшенные пределы детектирования.

Если используется керосин или ксилол, то все инструментальные рабочие условия, например скорость подачи насоса, изменяются по сравнению с использованием 1-бутанола. Поэтому анализ должен быть стандартизован, и для проведения всех анализов все стандартные образцы, холостые образцы и пробы должны быть растворены в одном и том же растворителе.

**9.1.3** Зажигают горелку и дают прибору нагреться. Его профилируют с использованием внутренней ртутной лампы. Элементы могут быть детектированы по основным эмиссионным линиям (см. Таблицу 1). Дополнительные эмиссионные линии и инструкции по установке оборудования даны в EN 14538:2006<sup>[6]</sup>.

Таблица 1. Основные эмиссионные линии и пределы детектирования

Элемент	Существующие пределы детектирования мг/кг	Основная эмиссионная линия нм	
Кадмий	— <sup>a</sup>	226,5	214,4
Кальций	0,05	315,9	393,3
Медь	0,05	324,7	
Железо	0,05	259,9	
Свинец	— <sup>a</sup>	220,4	
Магний	0,05	285,2	
Никель	0,05	231,6	
Кремний	0,1	251,6	
Натрий	0,1	588,9	
<sup>a</sup> На момент публикации данные отсутствовали.			

9.1.4 Прибор стандартизируют по 9.3 и исследуют все пробы в трех экземплярах.

ПРИМЕЧАНИЕ Был отмечен дрейф калибровки. Это может быть вызвано наростом нагара на конце инжектора.

## 9.2 Приготовление стандартных образцов

### 9.2.1 Холостой образец

Обычно используется очищенное и отбеленное соевое или другое масло, о котором известно, что оно не содержит микроэлементов. Холостой образец масла разбавляют в отношении 1 + 1, как описано в процедуре приготовления образцов. Базовое масло 20 или базовое масло 75 (5.5) используют в качестве абсолютного контрольного холостого образца для проверки отсутствия микроэлементов в холостом масле.

### 9.2.2 Стандартные образцы

Стандартный образец готовят из имеющихся в продаже одноэлементных стандартных образцов на органической основе. Берут точную навеску стандартного образца и добавляют к нему в достаточном количестве холостое масло до получения полных 50,00 г. Добавляют 50,00 г растворителя (1-бутанол, керосин или ксилол) для получения разведения 1 + 1.

Одна стандартная концентрация приемлема; однако многоуровневые, многоэлементные стандартные образцы вплоть до четырех концентраций обеспечивают лучшую калибровку для линейности и точности. Уровни должны включать стандартные образцы с 2,5 мг/кг, 5 мг/кг, and 10 мг/кг в зависимости от ожидаемого диапазона значений.

Если используется внутренний стандарт, его можно взвешивать как часть элементов или включать как часть разбавляющего растворителя для обеспечения соответствия 10 мг/кг количеству, добавляемому к образцу.

## 9.3 Стандартизация

Стандартный образец холостого масла и разбавленное базовое масло 20 или базовое масло 75 используются при установленной длине волны для анализируемого(ых) элемента(ов).

Стандартные растворы (9.2.2) используются при выбранных длинах волн.

Холостые образцы, пробы и стандартные образцы исследуют в трех экземплярах на содержание микроэлементов и усредняют

Стандартные и холостые образцы используют для каждых 10 проб или меньше, и при необходимости прибор стандартизируют повторно. Для точности используют узкий диапазон стандартизации (от 0 мг/кг до 25 мг/кг каждого элемента). Хотя линейность несколько больше, анализируемые пробы следует разбавлять для поддержания содержания микроэлементов в пределах стандартизации.

## 9.4 Приготовление стандартных образцов

Навеску 2,5 г + 0,02 г пробы помещают в трубку автоматического пробоотборника и разбавляют посредством 2,5 г 1-бутанола (керосина или ксилола), которые подаются автоматической пипеткой. Трубку закрывают крышкой и переворачивают от 40 до 50 раз на смесительном столе.

Разбавляют 0,2 г лецитинов (не растворимых в ацетоне вплоть до 100 %) до 5,0 г холостым соевым маслом и затем до 10 г 1-бутанолом. Перемешивают пробы на наклонном настольном миксере в течение 1 ч и затем разбавляют 1→10 смесью холостого масла и 1-бутанола 1 + 1 для получения полного разведения 1→500.



## 10 Вычисление

Вычисление является функцией большинства программ прибора. Измерения площадей пиков из известных стандартных образцов вставляются в формулу линейной регрессии. По этим соотношениям можно определить концентрации из измерений площадей пиков для анализируемых проб. Для большинства программ возможно присутствие четырех различных элементов.

Важно, чтобы был включен правильный коэффициент разбавления.

## 11 Прецизионность

### 11.1 Межлабораторное испытание

Детали межлабораторных испытаний прецизионности данного метода приведены в Приложении А. Значения, выведенные из этих межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, которые здесь не указаны.

### 11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим то же самое оборудование, в короткий интервал времени, не должна превышать предел повторяемости  $r$ , приведенный в приложении А.

### 11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя единичными результатами испытаний, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном испытательном материале в различных лабораториях различными операторами, использующими различное оборудование, не должна превышать не должна превышать предел воспроизводимости  $R$ , приведенный в Приложении А.

## 12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать как минимум следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известно;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на эти технические условия (ISO/TS 21033:2011);
- d) все рабочие детали, не установленные в этих технических условиях или рассматриваемые как факультативные, вместе с деталями любых инцидентов, которые могли повлиять на эти результаты;
- e) полученные результаты испытания;
- f) если повторяемость проверялась, последний полученный результат.

## Приложение А (информативное)

### Результаты межлабораторных испытаний

Прецизионность метода установлена для высоких уровней Cu, Fe и Ni в соевом масле в международном исследовании, проведенном в 1999 AOCS. Данные исследуются согласно руководящим указаниям в ISO 5725-1:1994<sup>[2]</sup> и ISO 5725-2:1994<sup>[3]</sup>.

**Таблица А.1. Анализ ICP высоких уровней микроэлементов в масле:  
Обзор результатов из 11 лабораторий**

Параметр	Медь				Железо				Никель			
	S-1	S-2	S-3	S-4	S-5	S-6	S-7	S-8	S-9	S-10	S-11	S-12
Количество участвующих лабораторий, <i>N</i>	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11	11
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов, <i>n</i>	9	8	8	9	11	11	11	10	9	10	8	10
Количество индивидуальных результатов испытаний во всех лабораториях для каждой пробы	18	16	16	18	22	22	22	20	18	20	16	20
<b>Среднее значение,</b> мг/кг	2,05	9,91	8,14	9,94	2,05	2,07	8,29	10,08	4,94	5,64	7,64	2,10
Стандартное отклонение повторяемости, <i>s<sub>r</sub></i> , мг/кг	0,05	0,10	0,12	0,10	0,06	0,05	0,25	0,19	0,09	0,23	0,37	0,05
Коэффициент вариации повторяемости, <i>C<sub>V,r</sub></i> , %	2,29	1,03	1,48	1,03	3,10	2,49	3,06	1,91	1,86	4,06	4,88	2,62
<b>Предел повторяемости, <i>r</i></b> ( <i>s<sub>r</sub></i> × 2,8), мг/кг	0,13	0,29	0,34	0,29	0,18	0,14	0,71	0,54	0,26	0,64	1,04	0,15
Стандартное отклонение воспроизводимости, <i>s<sub>R</sub></i> , мг/кг	0,06	0,13	0,31	0,43	0,20	0,19	0,56	0,41	0,25	0,41	0,46	0,20
Коэффициент вариации воспроизводимости, <i>C<sub>V,R</sub></i> , %	2,85	1,32	3,81	4,37	9,62	9,38	6,70	4,10	4,97	7,18	5,98	9,51
<b>Предел воспроизводимости, <i>R</i></b> ( <i>s<sub>R</sub></i> × 2,8), мг/кг	0,16	0,37	0,87	1,22	0,55	0,54	1,56	1,16	0,69	1,13	1,28	0,56