МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 8294—2024

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение содержания меди, железа и никеля. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с применением графитовой печи

(ISO 8294:1994, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 февраля 2024 г. № 170-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2024 г. № 1500-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 8294—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8294:1994 «Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания меди, железа и никеля. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с применением графитовой печи» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of copper, iron and nickel contents — Graphite furnace atomic absorption method», IDT).

Международный стандарт разработан Подкомитетом SC 11 «Животные и растительные жиры и масла» Технического комитета ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 Некоторые элементы настоящего стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации (ISO) не несет ответственности за идентификацию каких-либо или всех патентных прав

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1994
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение содержания меди, железа и никеля. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с применением графитовой печи

Animal and vegetable fats and oils. Determination of copper, iron and nickel contents. Graphite furnace atomic absorption method

Дата введения — 2025—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения следовых количеств меди, железа и никеля в животных и растительных жирах и маслах (далее — жир).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 661:1989*, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample (Масла и жиры животные и растительные. Подготовка пробы для испытания)

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Сущность метода

Атомизацию исследуемого образца жира осуществляют в графитовой печи, присоединенной к атомно-абсорбционному спектрометру, предварительно откалиброванному при помощи стандартных растворов органических соединений определяемых металлов. Расчет содержания металла производится исходя из значений абсорбции при выбранных длинах волн.

4 Реактивы

Используют реактивы только установленной аналитической квалификации и воду второй степени чистоты по ISO 3696.

4.1 **Окись алюминия,** квалификация «чистый для анализа».

Примечание 1 — Подходящий образец окиси алюминия (качество № 1077) можно получить от компании Merck, D-1600 Дармштадт, Германия**, 1).

---

* Заменен на ISO 661:2003. Однако для однозначного соблюдения требования настоящего стандарта, выраженного в датированной ссылке, рекомендуется использовать только указанное в этой ссылке издание.

** Также подходящий образец можно получить от компаний, находящихся на территории государства — участника Соглашения о проведении согласованной политики в области стандартизации, метрологии и сертификации от 13 марта 1992 г., в котором введен в действие настоящий стандарт.

1) Информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанного продукта (здесь и далее).

Издание официальное

4.2 **Масло для разведения,** например рафинированное масло, используемое для пищевых целей, жидкое при температуре окружающей среды.

Хранить масло следует в емкости из полиэтилена, которая не содержит металлов (см. 5.1). Содержание металла в масле не должно превышать следующие величины:

- Cu — 3 мкг/кг;
- Fe — 5 мкг/кг;
- Ni — 5 мкг/кг.

Примечание 2 — Образец масла с минимальным содержанием металлов может быть получен в результате выполнения следующей процедуры.

Растворяют масло в петролейном эфире (температура кипения от 40 °С до 60 °С) в соотношении 1 кг масла к 3 $дм^3$ петролейного эфира. Подготавливают колонку с окисью алюминия (соотношение диаметра к высоте 1:10), используя удвоенную массу окиси алюминия (активированной при температуре 150 °С в течение 14 ч) относительно массы масла. Вводят раствор в колонку и элюируют петролейным эфиром, объем которого в 5/3 раз больше объема, в котором был растворен образец. Выпаривают петролейный эфир из элюата на кипящей водяной бане в токе азота (от 2 до 5 $дм^3$/мин). Остаточные следы петролейного эфира удаляют под вакуумом.

4.3 Основные стандартные растворы

При соответствующем разбавлении эталонов металлоорганических соединений маслом для разведения (см. 4.2) готовят основные стандартные растворы, которые содержат следующие металлы:

- Cu — 2 мг/кг;
- Fe — 10 мг/кг;
- Ni — 10 мг/кг.

Примечание 3 — Подходящие растворы металлоорганических соединений можно получить от компании Continental Oil Company, г. Понка, штат Оклахома, США (Коностан, 5000 мг/кг), от компании «Мерк», D-1600 Дармштадт, Германия (1 000 мг/кг)[1), *].

4.4 Рабочие стандартные растворы

Рабочие стандартные растворы должны быть приготовлены в день использования путем разбавления основных стандартных растворов (см. 4.3) маслом для разведения (см. 4.2) и иметь следующие концентрации:

- Cu — 0,05; 0,1; 0,2 мг/кг;
- Fe — 0,25; 0,5; 1,0 мг/кг;
- Ni — 0,25; 0,5; 1,0 мг/кг.

4.5 **Раствор ниобия $Nb(NO_3)_5$,** концентрация 1000 мг/л, например «Стандартный раствор для атомно-абсорбционной спектрофотометрии (AAS) в водной матрице».

Примечание 4 — Подходящий раствор можно получить от компании Alfa.Division,152 Андовер стрит, Данвер, штат Массачусетс 01923, США (код 88083)[1), *].

4.6 ***н*-Гептан,** квалификация «чистый для анализа».

4.7 **Аргон,** минимальная степень чистоты 99,99 %.

Примечание 5 — Если аргон недоступен, то можно использовать азот в качестве газа для продувки. При температуре свыше 2300 °С азот образует токсичный газ — цианид водорода, поэтому необходимо обеспечить непрерывное вентилирование зоны печи.

5 Оборудование

Используют стандартное лабораторное оборудование, в том числе перечисленное ниже.

5.1 **Бутылки и крышки** из полиэтилена или полипропилена, без следов металлов, вместимостью 20 и 50 $см^3$.

Примечание 6 — Для исключения следов металлов при необходимости бутылки и крышки могут быть обработаны путем тщательной очистки теплым раствором азотной кислоты ($c(HNO_3)$ = 1 моль/$дм^3$) с последующим промыванием водой и просушкой в печи при температуре около 80 °С.

---

* Также подходящие растворы можно получить от компаний, находящихся на территории государства — участника Соглашения о проведении согласованной политики в области стандартизации, метрологии и сертификации от 13 марта 1992 г., в котором введен в действие настоящий стандарт.

5.2 **Микропипетка (микродозатор)** объемом 20 и 100 мм^3.

5.3 **Наконечники микропипетки (микродозатора).**

5.4 **Сушильный шкаф,** поддерживающий температуру до (150 ± 2) °С.

5.5 **Атомно-абсорбционный спектрометр,** оснащенный режимом «высота пика» и принтером или режимом «непрерывный» и перьевым самописцем (с откликом на полную шкалу за 0,2 с) совместно с соответствующей лампой с полым катодом или безэлектродной разрядной лампой и дейтериевым корректором фона.

5.6 **Графитовая печь,** размещенная в атомно-абсорбционном спектрометре (см. 5.5), оснащенная блоком управления для программирования температуры и графитовой трубкой (кюветой).

5.7 **Графитовая трубка (кювета)** непокрытая для распыления.

6 Отбор проб

Важно, чтобы лаборатория получала пробу, которая действительно является представительной, и не подвергалась повреждениям или изменениям во время транспортирования и (или) хранения.

Отбор проб не является частью метода, приведенного в настоящем стандарте.

Рекомендованный метод отбора проб приведен в ISO 5555.

7 Подготовка пробы для испытания

Подготавливают пробу для испытания в соответствии с требованиями ISO 661.

Пробу для испытания не фильтруют.

8 Методика

Определяют содержание каждого металла последовательно.

Примечание 7 — При необходимости проверки требования повторяемости следует выполнить два отдельных определения в условиях повторяемости.

8.1 Подготовка оборудования

8.1.1 Включают атомно-абсорбционный спектрометр (см. 5.5) и дейтериевый корректор фона.

8.1.2 В соответствии с указаниями изготовителя регулируют интенсивность лампы, ширину щели, длину волны и усиление.

Каждому металлу соответствуют следующие длины волн:

- Cu — 324,7 нм;
- Fe — 302,1 нм;
- Ni — 232,0 нм.

8.1.3 Оптимизируют положение графитовой печи (см. 5.6) в атомно-абсорбционном спектрометре (см. 5.5) и устанавливают необходимую программу в блоке управления в соответствии с таблицей 1.

Примечание 8 — Если доступное оборудование не может быть отрегулировано в соответствии с таблицей 1, то следует пользоваться сопоставимой программой, подходящей для данного оборудования. Если в этом случае удовлетворительная корректировка фона не может быть достигнута, разбавляют холостую пробу, стандартные рабочие растворы (см. 4.4) и пробы для испытания органическим растворителем (например, *н*-гептаном) в соотношении не более 1:2 (по массе) и проводят спектрометрические измерения при температуре окружающей среды.

Таблица 1 — Программа для графитового атомизатора

Определение	Шаг	Температура, °С	Время линейного нарастания, с	Время удерживания, с	Внутренний поток газа, см^3/мин
Для меди	1 2	900 2 700	50 1	30 5	300 50
Для железа, никеля	1 2	1 200 2 700	50 1	30 5	300 50

Для определения содержания меди и никеля используют непокрытую графитовую трубку (кювету) (см. 5.7). Для определения содержания железа используют трубку, покрытую изнутри ниобием, для обеспечения определения общего количества железа.

Примечание 9 — С непокрытой трубкой результаты могут варьироваться в зависимости от вида соединений железа, содержащихся в жире. Подходящий метод покрытия заключается в следующем.

Вносят 100 мм^3 раствора ниобия (см. 4.5) в графитовую трубку (кювету). Запускают программу температуры для сушки при 100 °С в течение 60 с и затем атомизируют при температуре 2700 °С в течение 5 с. Повторяют процедуру до тех пор, пока не будет внесено 300 мм^3 раствора ниобия. Следует проводить атомизацию при температуре 2700 °С до тех пор, пока абсорбция не станет постоянной (чтобы снять какие-либо следы загрязнений железом).

8.1.4 Перед каждым вводом пробы следует предварительно обработать наконечник микропипетки (микродозатора) (см. 5.3) путем пипетирования с последующим сливом 20 мм^3 *н*-гептана.

Примечание 10 — Пленка *н*-гептана, которая остается на стенке наконечника, облегчает воспроизводимое перемещение пробы.

8.2 Предварительная обработка проб для испытания и подготовленных растворов

8.2.1 Не менее чем за 15 мин до определения помещают все пробы для испытания, масло для разведения (см. 4.2) и рабочие стандартные растворы (см. 4.4) в сушильный шкаф (см. 5.4), нагретый до температуры 60 °С.

8.2.2 Если содержание металла в неочищенном жире находится за пределами диапазона, приведенного в 4.4, то его следует разбавить маслом для разведения (см. 4.2).

8.2.3 Непосредственно перед исследованием энергично встряхивают все пробы для испытания.

8.3 Определение

8.3.1 Подготовка графитовой трубки (кюветы)

Записывают значение абсорбции графитовой трубки (кюветы), если таковое имеется, и проводят регулировку оборудования таким образом, чтобы данное значение соответствовало нулевому значению абсорбции.

8.3.2 Холостая проба масла для разведения

Вносят 20 мм^3 масла для разведения (см. 4.2) в графитовую печь, запускают программу температуры и записывают значение абсорбции.

8.3.3 Калибровка прибора

Вносят 20 мм^3 одного из трех рабочих стандартных растворов исследуемого металла (см. 4.4) в графитовую печь и записывают значение абсорбции. Повторяют процедуру с другими двумя рабочими стандартными растворами.

8.3.4 Анализ проб для испытания

8.3.4.1 Пробы, жидкие при температуре 40 °С

Вносят 20 мм^3 предварительно обработанной пробы для испытания (см. 8.2) в графитовую печь, запускают программу температуры и записывают значение абсорбции.

8.3.4.2 Пробы, твердые при температуре 40 °С

Кроме шагов 1 и 2, вводят следующий дополнительный шаг в программу блока управления: время удерживания 20 с; температура 60 °С; внутренний поток газа 0 см^3/мин. Запускают программу. В период действия шага 1 программы вносят 20 мм^3 предварительно обработанной пробы для испытания (см. 8.1) в графитовую печь, оставляя наконечник в атомизаторе для плавления жира и последующего его внесения. Записывают значение абсорбции.

Примечание 11 — Предел обнаружения может быть снижен путем растяжения шкалы или повторным внесением пробы в конце шага 1, а затем продолжением программы до завершения процесса. Если содержание металла слишком высокое (например, превышает предел градуировочной кривой), то пробу для испытания (см. 8.2) следует разбавить маслом для разведения (см. 4.2) (см. также 8.2.2).

8.3.5 Построение градуировочной кривой

Построение градуировочной кривой для каждого металла осуществляется в виде графика зависимости значения абсорбции каждого рабочего стандартного раствора (см. 8.3.3), скорректированного по холостой пробе (см. 8.3.2), от содержания соответствующего металла (в миллиграммах на килограмм).

Примечание 12 — Может использоваться усовершенствованное оборудование с автоматической калибровкой.

9 Обработка результатов

9.1 Для каждого исследуемого образца измеряют высоту пика по полученным данным регистрирующего устройства, дисплея или принтера.

9.2 Используя соответствующую градуировочную кривую, определяют содержание металла в каждом исследуемом образце, принимая во внимание степень разведения пробы для испытания.

Результат выражают в миллиграммах на килограмм.

10 Прецизионность

Прецизионность метода была установлена в ходе международных межлабораторных испытаний, организованных Международным объединением теоретической и прикладной химии (IUPAC) в 1984 г., которые выполнялись в соответствии с требованиями ISO 5725.

В этих испытаниях принимали участие 32 лаборатории, исследованиям подвергались образцы масла соевых бобов, масла арахиса и масла какао. Медь и железо определялись как в жидких, так и в твердых образцах. Никель не подлежал определению в масле какао ввиду вероятности его отсутствия в нем.

Для значений пределов повторяемости и воспроизводимости уровень вероятности составляет 95 %.

10.1 Повторяемость

Абсолютная разность между двумя единичными результатами испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, не должна превышать значение *r*, приведенное в таблице 2.

Если разница превышает расчетное значение *r*, отбрасывают оба результата и выполняют два новых единичных определения.

Таблица 2 — Пределы повторяемости *r*

Значения в миллиграммах на килограмм

Элемент	Содержание металла *w*	Образец	*r*
Cu	$w_{Cu} < 0,2$	Масло	$0,010 + 0,14\,\bar{w}_{Cu}$
		Жир	$0,008 + 0,11\,\bar{w}_{Cu}$
Fe	$w_{Fe} < 1,0$	Масло	$0,077 + 0,08\,\bar{w}_{Fe}$
		Жир	$0,026 + 0,20\,\bar{w}_{Fe}$
Ni	$w_{N_I} < 1,0$	Масло	$0,056 + 0,13\,\bar{w}_{NI}$
Примечание — $\bar{w}$ — среднее значение обоих результатов в миллиграммах на килограмм.			

10.2 Воспроизводимость

Абсолютная разность между двумя единичными результатами испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в различных лабораториях различными операторами на разном оборудовании, не должна превышать значение *R*, приведенное в таблице 3.

Таблица 3 — Пределы воспроизводимости *R*

Значения в миллиграммах на килограмм

Элемент	Содержание металла	Образец	*R*
Cu	$w_{Cu} < 0,2$	Масло	$0,008 + 0,36\,\bar{w}_{Cu}$
		Жир	$0,003 + 0,49\,\bar{w}_{Cu}$

Окончание таблицы 3 Значения в миллиграммах на килограмм

Элемент	Содержание металла	Образец	*R*
Fe	$w_{Fe} < 1,0$	Масло	$0,040 + 0,48\,\bar{w}_{Fe}$
		Жир	$0,031 + 0,54\,\bar{w}_{Fe}$
Ni	$w_{Ni} < 1,0$	Масло	$0,027 + 0,44\,\bar{w}_{Ni}$
Примечание — $\bar{w}$ — среднее значение обоих результатов в миллиграммах на килограмм.			

11 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны:

- метод, в соответствии с которым выполнялся отбор проб (если это известно);
- использованный метод испытаний;
- полученные результаты испытаний;
- окончательный полученный результат, в случае если повторяемость подлежала проверке.

Протокол также должен содержать все рабочие детали, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые как альтернативные, вместе с подробным описанием любых происшествий и случаев, которые могли оказать вероятное влияние на результаты.

Протокол испытаний должен включать все сведения, необходимые для полной идентификации образца.

Приложение А
(справочное)

Библиография

[1] ISO 5555:1991, Animal and vegetable fats and oils — Sampling (Масла и жиры животные и растительные. Отбор проб)

[2] ISO 5725:1986, Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory test (Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 661:1989	—	ГОСТ ISO 661—2016 «Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания»
ISO 3696:1987	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

УДК 664.31:006.354 МКС 67.200.10 IDT

Ключевые слова: жиры, масла животные, масла растительные, определение, метод атомно-абсорбционной спектрометрии, графитовая печь, медь, железо, никель

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 25.10.2024. Подписано в печать 05.11.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Поправка к ГОСТ ISO 8294—2024 Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания меди, железа и никеля. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с применением графитовой печи

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

(ИУС № 3 2026 г.)