

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 663—
2020

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение содержания нерастворимых примесей

(ISO 663:2017, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

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 Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2020 г. № 130-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
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 апреля 2025 г. № 280-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 663—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 663:2017 «Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания нерастворимых примесей» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of insoluble impurities content», IDT).

Международный стандарт подготовлен Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34, подкомитетом SC 11 «Животные и растительные жиры и масла» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного международного стандарта соответствующий ему межгосударственный стандарт, сведения о котором приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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, 2017

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025



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

III

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода	1
5 Реактивы	2
6 Оборудование	2
7 Отбор проб	2
8 Приготовление пробы для испытания	2
9 Процедура	2
10 Выражение результатов	3
11 Точность	3
12 Протокол испытаний	4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний	5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту	6
Библиография	7

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ**Определение содержания нерастворимых примесей**

Animal and vegetable fats and oils. Determination of insoluble impurities content

Дата введения — 2025—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания нерастворимых примесей в животных, растительных жирах и маслах.

При наличии в составе анализируемых жиров и масел нерастворимого мыла (кальциевое мыло) и окисленных жирных кислот необходимо использовать другой растворитель и метод. В этом случае между заинтересованными сторонами должна быть достигнута договоренность.

Молоко и молочная продукция (или жир, полученный из молока и молочной продукции) исключены из области применения настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 661, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

Международная организация по стандартизации (ISO) и международная электротехническая комиссия (IEC) ведут терминологические базы данных для использования в стандартизации, доступ к которым можно получить по следующим адресам:

- Электропедия IEC: доступна по адресу: <http://www.electropedia.org/>
- платформа онлайн-просмотра ISO: доступна по адресу <https://www.iso.org/obp>

3.1 содержание нерастворимых примесей (insoluble impurities content): Количество примесей и других посторонних веществ, нерастворимых в н-гексане или в легких фракциях бензина, определенных в условиях, указанных в настоящем стандарте.

Примечание 1 — Содержание выражается в процентах по массе.

Примечание 2 — Эти примеси включают механические примеси, минеральные вещества, углеводы, азотистые вещества, различные смолы, кальциевые мыла, окисленные жирные кислоты, лактоны жирных кислот и (частично) щелочные мыла, гидроксигирные кислоты и их глицериды.

4 Сущность метода

Метод основан на обработке пробы избыточным количеством н-гексана или легких фракций бензина, с последующим фильтрованием полученного раствора. Фильтр с осадком промывают тем же растворителем, затем высушивают при температуре 103 °С и взвешивают.

5 Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Необходимо соблюдать правила безопасности (технические, организационные и личные) при обращении с опасными веществами.

Используют реактивы признанной аналитической степени чистоты:

5.1 н-гексан или легкую фракцию бензина с температурой кипения от 30 °С до 60 °С с бромным числом менее 1.

Для данных растворителей остаток при полном выпаривании не должен превышать 0,002 г на 100 см³.

5.2 Кизельгур очищенный, кальцинированный, с потерей массы при температуре 900 °С (красного каления) менее 0,2 % по массе.

6 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование и в том числе:

6.1 Весы аналитические лабораторные с точностью ($\pm 0,001$) г.

6.2 Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере (103 ± 2) °С.

6.3 Коническая колба емкостью 250 см³ с притертой стеклянной пробкой.

6.4 Эксикатор с эффективным осушителем.

6.5 Беззольная фильтровальная бумага (максимальное содержание золы 0,01 % по массе, (или массовая доля золы не более 0,01 %), удерживающая способность 98 % для частиц размером более 2,5 мкм¹⁾, либо эквивалентный стекловолоконный фильтр диаметром 120 мм с металлическим (предпочтительно алюминиевым) или стеклянным стаканчиком с плотно прилегающей пробкой (либо закрывающейся крышкой).

Эти фильтры являются альтернативой фильтру (6.6), их не применяют для кислых масел.

6.6 Тигель фильтрующий стеклянный, тип Р16 (размер пор от 10 до 16 мкм), диаметр 40 мм, емкость 50 см³, вместе с колбой для вакуумного фильтрования.

Этот фильтр является альтернативой фильтрам (6.5), их применяют для всех масел, включая кислые масла.

7 Отбор проб

Важно, чтобы лаборатория получила пробу, которая действительно является репрезентативной и не претерпела повреждений или изменений в процессе транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 5555.

8 Приготовление пробы для испытания

Приготовление пробы для испытания — в соответствии с ISO 661.

9 Процедура

9.1 Проба для испытания (навеска)

Взвешивают приблизительно 20 г пробы для испытания (раздел 8) с точностью до 0,01 г в коническую колбу (6.3).

9.2 Определение

9.2.1 Бумажный фильтр и стаканчик с крышкой (6.5) или фильтрующий тигель (6.6) сушат в сушильном шкафу (6.2) в течение 1 ч при температуре 103 °С. Дают остыть в эксикаторе (6.4) и взвешивают.

¹⁾ Фильтровальная бумага Whatman 42 (2,5 мкм) или фильтр из стекловолокна Whatman GF/D, являются примерами подходящих продуктов, имеющих в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей данного стандарта и не связана с поддержкой этих продуктов со стороны ISO.

вают, записывая результат до третьего десятичного знака (0,001 г). Для кислых масел готовят тигель по 9.2.7 и продолжают по 9.2.2.

9.2.2 Добавляют 200 см³ н-гексана или легкой фракции бензина (5.1) в колбу, содержащую навеску (9.1). Герметично закрывают колбу и встряхивают.

Для касторового масла количество растворителя может быть увеличено для устранения затруднений в процедуре определения, что может потребовать использование колбы большего объема.

Отстаивают при температуре 20 °С в течение 30 мин.

9.2.3 Фильтруют через бумажный фильтр, помещенный в подходящую воронку или фильтрующий тигель, используя при необходимости вакуум. Для того чтобы все примеси были перенесены в фильтр/тигель, колбу ополаскивают. Промывают бумажный фильтр или фильтрующий тигель небольшим количеством того же растворителя, который используется в 9.2.2, но не более, чем необходимо для того, чтобы последний фильтрат был свободным от жира или масла. При необходимости растворитель разогревают до температуры не более 60 °С для растворения затвердевших жиров, оставшихся на фильтре.

9.2.4 Если использовалась бумажный фильтр, то его удаляют из воронки и помещают в стаканчик. Позволяют большей части растворителя, оставшегося в бумажном фильтре, испариться на воздухе, затем полностью высушивают в сушильном шкафу при температуре 103 °С. После чего стаканчик вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, дают остыть в эксикаторе (6.4) и взвешивают с точностью до 0,001 г.

9.2.5 Если использовался фильтрующий тигель, необходимо дать большей части растворителя испариться на воздухе в вытяжном шкафу, затем полностью высушивают в сушильном шкафу при температуре 103 °С. После чего вынимают из сушильного шкафа, охлаждают в эксикаторе (6.4) и взвешивают, записывая результат до 0,001 г.

9.2.6 Для определения содержания органических примесей необходимо использовать предварительно высушенную и взвешенную, беззольную фильтровальную бумагу. Если фильтровальная бумага содержит нерастворимые примеси, ее сжигают и полученную массу золы вычитают из массы нерастворимых примесей.

Содержание органических примесей, выраженное в процентах по массе, рассчитывают путем умножения этой разницы в массе на 100/ m_0 , где m_0 — масса пробы для испытания в граммах.

9.2.7 Для анализа кислых масел на стеклянный фильтр тигля наносят кизельгур (5.2). В стеклянном стакане емкостью 100 см³ готовят суспензию, состоящую из 2 г кизельгура и 30 см³ легкой фракции бензина (5.1). Смесь выливают в тигель при пониженном давлении, чтобы получить слой кизельгура на стеклянном фильтре.

Стеклянный фильтр-тигель помещают в сушильный шкаф (6.2) и высушивают в течение 1 ч при температуре 103 °С, после чего охлаждают в эксикаторе (6.4) и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Проводят два определения, используя навески пробы для испытания (Раздел 8).

10 Выражение результатов

Содержание нерастворимых примесей w , % вычисляют по формуле:

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 100 \%,$$

где m_0 — масса навески (9.1), г;

m_1 — масса стаканчика с крышкой и бумажным фильтром или фильтрующего тигля (9.2.1), г;

m_2 — масса стаканчика с крышкой и бумажным фильтром, содержащим сухой осадок (9.2.4) или фильтрующего тигля, содержащего сухой осадок (9.2.5), г.

Вычисления производят с точностью до второго знака после запятой.

11 Точность

11.1 Межлабораторные испытания

Информация о межлабораторных испытаниях на точность метода приведена в приложении А. Значения, полученные в результате этих межлабораторных испытаний, не могут применяться к диапазонам значений и веществам, отличных от приведенных в приложении.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разница между двумя независимыми отдельными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом с идентичным тестируемым материалом в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования за короткий промежуток времени, не более чем в 5 % случаев превысит значение предела повторяемости r , приведенное в таблице А.1.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между двумя отдельными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом с идентичным тестируемым материалом в разных лабораториях различными операторами, использующими различное оборудование, не более чем в 5 % случаев превысит значение предела воспроизводимости R , приведенное в таблице А.1.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб (если известен);
- c) метод проведения испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;
- d) используемый растворитель;
- e) сведения об условиях испытания, не указанных в настоящем стандарте или рассматриваемых как необязательные, а также о любых обстоятельствах, которые могли повлиять на результат;
- f) результат испытаний или окончательный результат испытаний после проверки воспроизводимости.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания по определению нерастворимых примесей в пальмовом масле, сыром пальмовом масле и пальмоядровом масле были организованы Федерацией ассоциаций по торговле маслами, семенами масличных культур и жирами (FOSFA) и проведены в соответствии с ISO 5725-2. Результаты приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 — Результаты межлабораторных испытаний для различных масел

Образец	RDB пальмовый олеин	RDB пальмовое масло	Сырое пальмоядровое масло	Сырой пальмовый олеин	Сырой рыбий жир	Сырое пальмовое масло
Количество участвующих лабораторий	16	35	41	27	41	12
Количество лабораторий оставшихся после исключения выбросов	16	31	33	26	35	11
Количество индивидуальных результатов испытаний всех лабораторий по каждому образцу	16	93	66	52	70	22
Среднее значение, %	0,004	0,008	0,012	0,016	0,021	0,025
Стандартное отклонение повторяемости s_r	0,003	0,003	0,003	0,005	0,004	0,004
Коэффициент вариации повторяемости, %	57,1	41,1	22,4	30,5	20,4	14,8
Предел повторяемости $r(2,8s_r)$	0,007	0,009	0,008	0,013	0,012	0,010
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R	0,005	0,010	0,010	0,009	0,009	0,013
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	116,6	119,6	81,2	58,4	39,8	52,3
Предел воспроизводимости $R(2,8s_R)$	0,014	0,027	0,028	0,026	0,024	0,037

Приложение ДА
(справочное)Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта
межгосударственному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 661	IDT	ГОСТ ISO 661—2016 «Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

- [1] ISO 5555 Animal and vegetable fats and oils — Sampling (Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб)
- [2] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения]
- [3] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений]

Ключевые слова: жиры и масла животные и растительные, нерастворимые примеси, приготовление пробы для испытания, перемешивание, фильтрование, высушивание

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.04.2025. Подписано в печать 15.04.2025. Формат 60×84%. 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