



Жаныбарлардын жана өсүмдүктөрдүн майы. Флуоресценттик табуу менен онлайн жана хроматография менен жогорку натыйжалуу хроматографиялык суюктук менен (HPLC) режимдеги донордук акцептордук комплекстик ыкма менен полицикликалык жыттуу көмүртектерди аныктоо

Жиры и масла животные и растительные. Определение полициклических ароматических углеводородов методом донорно-акцепторной комплексной хроматографии в режиме онлайн и высокоэффективной жидкостной хроматографией (HPLC) с флуоресцентным обнаружением

(ISO 22959:2009, IDT),

Издание официальное

ЦСМ

Бишкек

Предисловие

Цели, принципы и основные положения стандартизации в Кыргызской Республике установлены законом Кыргызской Республики «Об основах технического регулирования в Кыргызской Республике» и КМС 1.0

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Центром по стандартизации и метрологии при Министерстве экономики Кыргызской Республики

2 ПРИНЯТ приказом ЦСМ от 2 мая 2013 г. № 38-СТ

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 22959 Жиры и масла животные и растительные. Определение полициклических ароматических углеводов методом донорно-акцепторной комплексной хроматографии в режиме онлайн и высокоэффективной жидкостной хроматографией (HPLC) с флуоресцентным обнаружением (ISO 22959 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Жиры и масла животные и растительные*).

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

4 ВВЕДЕН впервые

© ЦСМ, 2013

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения ЦСМ при МЭР КР

Содержание

Введение	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода.....	2
5 Реактивы, материалы и стандарты	3
6 Аппаратура.....	5
7 Отбор проб и подготовка образцов для испытания	5
8 Подготовка образцов.....	6
9 Проведение испытания	7
10 Расчет отдельных РАН.....	8
11 Данные валидации метода	8
12 Прецизионность.....	9
13 Протокол испытания.....	9
Приложение А (информативное) Примеры отдельных частей системы HPLC.....	10
Приложение В (информативное) Пример рабочих условий для насосов системы HPLC	11
Приложение С (информативное) Пример рабочих условий термостата колонки и детектора системы HPLC	12
Приложение D (информативное) Пример программы автоматического дозатора системы HPLC.....	13
Приложение E (информативное) Соединение трубок в системе HPLC.....	14
Приложение F (информативное) Хроматограмма стандартного калибровочного образца.....	15
Приложение G (информативное) Прецизионность определения для подсолнечного масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг	16
Приложение H (информативное) Прецизионность определения для оливкового масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг	17
Приложение I (информативное) Прецизионность определения для соевого масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг	18
Приложение J (информативное) Прецизионность определения для кокосового масла, диапазон концентраций от 0,1 мкг/кг до 3,5 мкг/кг	19
Приложение K (информативное) Межлабораторное испытание.....	20
Библиография.....	22

Введение

Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) образуются во время пиролитических процессов, таких как неполное сгорание органических веществ или имеют петрогенное происхождение (минеральные масла). Пищевые жиры и масла могут быть загрязнены из окружающей среды и/или на этапе обработки перед рафинированием. Присутствие ПАУ в жирах и маслах касается здоровья, поскольку эти соединения являются канцерогенными. Различные уровни содержания ПАУ наблюдаются в сырых пищевых маслах. Рафинирование масел (деодорирование, осветление, обработка на активированном угле) в соответствующих условиях сокращает содержание отдельных ПАУ в микрограммах на килограмм. Известные методы анализа ПАУ в пищевых жирах и маслах включают сложную и трудоемкую экстракцию и процедуры очистки, чтобы выделить ПАУ, присутствующие в очень маленьких концентрациях.

С помощью донорно-акцепторной комплексной хроматографии (ДАКХ) ПАУ можно экстрагировать из разных матриц. ПАУ являются донорами электронов (π -электронов), а сильное взаимодействие ПАУ со стационарной фазой – акцептором электронов – дает в результате ПАУ и элюирование (в массе) других компонентов масла. Настоящий международный стандарт устанавливает автоматический метод в режиме он-лайн определения ПАУ в пищевых маслах и жирах, который можно легко применять как практический анализ. Этот метод включает сочетание LC-LC очистительной колонки ДАКХ с аналитической колонкой для разделения. ПАУ количественно определяют с помощью флуоресцентного обнаружения.

По сравнению с более старыми методами данный автоматический метод в режиме он-лайн значительно сокращает количество используемого растворителя и сохраняет массу времени. Очистка на колонке ДАКХ происходит быстро и выполняется в течение прохождения предыдущей пробой анализа с помощью HPLC (высокоэффективной жидкостной хроматографии). Общее время анализа для одной пробы составляет порядка 90 мин, по сравнению с традиционными методами, занимающими от 8 ч до 10 ч. Более того, система может работать по 24 ч/сутки. Наконец, устраняются потери летучих ПАУ, например, при испарении растворителя. Пределы количественного анализа 0,1 мкг/кг отдельных ПАУ в методе ДАКХ сохраняются, причем автоматически вносится поправка на возможный неполный выход, поскольку калибровочные образцы подвергаются такой же обработке, как и анализируемые пробы. Система использует традиционное оборудование для HPLC.