МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31754— 2012

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ, ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Методы определения массовой доли трансизомеров жирных кислот

(ISO 13884:2003, NEQ)
(ISO 15304:2002, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИЖ» Россельхозакадемии) при участии ЗАО «СКБ Хроматэк» и ООО «ЛЮМЭКС»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

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	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1685-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31754—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт соответствует следующим международным стандартам:

ISO 13884:2003 «Animal and vegetable fats and oils — Determination of isolated trans isomers by infrared spectrometry» (раздел 5) (Животные и растительные жиры и масла. Определение выделенных трансизомеров методом инфракрасной спектрометрии)

ISO 15304:2002 «Animal and vegetable fats and oils — Determination of the content of trans fatty acid isomers of vegetable fats and oils — Gas chromatographic method» (раздел 6) (Животные и растительные жиры и масла. Определение содержания трансизомеров жирных кислот в растительных жирах и маслах. Метод газовой хроматографии).

Степень соответствия — неэквивалентная (NEQ).

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52677—2006

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты» (по состоянию на 1 января текущего года), а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты».В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Методы отбора проб 2
4 Подготовка проб 2
5 Определение массовой доли изолированных трансизомеров методом инфракрасной спектрометрии 2
6 Определение массовой доли изолированных трансизомеров жирных кислот методом газовой хроматографии с использованием капиллярной колонки 6
7 Определение массовой доли изолированных трансизомеров жирных кислот методом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) 9
8 Требования безопасности при выполнении определений 11
9 Требования к квалификации оператора 12
Приложение А (справочное) Инфракрасный спектр метиловых эфиров жирных кислот массовой долей трансизомеров 70 % и 2 % 13
Приложение Б (справочное) Оптимальные условия газовой хроматографии для хроматографических колонок различных видов 14
Приложение В (справочное) Примеры типичных хроматограмм, полученных при рекомендуемых условиях 16
Приложение Г (справочное) Значения эквивалентных длин цепи 21
Приложение Д (справочное) Пример ИК-спектров НПВО 22
Библиография 23

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ, ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Методы определения массовой доли трансизомеров жирных кислот

Vegetable oils, animal fats and products of their processing. Methods for determination of the content of trans fatty acid isomers

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и животные жиры, а также на продукты их переработки (гидрогенизированные, переэтерифицированные, фракционированные жиры и масла, спреды, топленые смеси, маргарины и др.), (далее — жировые продукты) и устанавливает следующие методы определения массовой доли трансизомеров жирных кислот:

- метод инфракрасной спектрометрии (ИК-спектрометрии);
- метод газовой хроматографии с капиллярной колонкой;
- метод инфракрасной спектрометрии нарушенного полного внутреннего отражения (ИК-спектрометрии НПВО).

Требования к контролируемому показателю установлены в ГОСТ 240, для спредов и топленых смесей в документе, действующем на территории государства, принявшего стандарт.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 240—85 Маргарин. Общие технические условия

ГОСТ 976—81 Маргарин, жиры для кулинарии, кондитерской и хлебопекарной промышленности. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 5471—83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 8285—91 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 19213—73 Сероуглерод синтетический технический. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

Издание официальное

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25828—83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Методы отбора проб

Отбор проб растительных масел — по ГОСТ 5471.

Отбор проб сливочно-растительных спредов и топленых смесей — по ГОСТ 26809.

Отбор проб растительно-сливочных и растительно-жировых спредов, топленых смесей и маргаринов — по ГОСТ 976.

Отбор проб животных жиров — по ГОСТ 8285.

4 Подготовка проб

4.1 Пробы твердых жиров должны быть полностью расплавлены на водяной бане при температуре не более чем на 10 °С выше их точки плавления и тщательно перемешаны. При наличии в жире мути его фильтруют через складчатый фильтр из фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026.

4.2 Выделение жира из эмульсионных жировых продуктов (спреды, маргарины)

Пробы эмульсионных жировых продуктов массой 40—50 г расплавляют в химическом стакане по ГОСТ 25336 вместимостью 150 $см^3$ на водяной бане или в сушильном шкафу при температуре от 40 °С до 60 °С, выдерживают при этой температуре до полного расслоения. Жировой слой отделяют от водного и фильтруют при температуре от 40 °С до 60 °С через складчатый фильтр из фильтровальной бумаги. Если отфильтрованный жир будет прозрачен, то приступают к выполнению измерений. При наличии в жире мути его повторно фильтруют.

5 Определение массовой доли изолированных трансизомеров методом инфракрасной спектрометрии

5.1 Область применения

Метод предназначен для определения массовой доли изолированных трансизомеров в жировых продуктах с уровнем трансизомеров 5 % и более.

Метод применяется при возникновении разногласий, если массовая доля изолированных трансизомеров более 10 %.

Метод не применим к продуктам:

- содержащим низкомолекулярные жирные кислоты (молочный жир, жиры лауринового типа),
- содержащим высокие уровни (более 5 %) сопряженных ненасыщенных связей (например, тунговое масло),
- содержащим функциональные группы, которые изменяют интенсивность С-Н деформационной двойной связи в трансконфигурации [например, касторовое масло, содержащее рицинолевую кислоту или ее геометрический изомер, рицинэлаидиновую кислоту (12-гидрокси-9-октадеценовая кислота)],
- представляющим собой смешанные триглицериды, имеющие длинно- и короткоцепочечные радикалы (типа диацетостеарина),

- любым другим, содержащим компоненты, имеющие функциональные группы, которые дают полосы поглощения достаточно близко к полосе С-Н деформационной изолированной двойной связи в трансконфигурации с частотой (волновым числом) 966—968 $см^{-1}$.

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Инфракрасный Фурье-спектрометр Инфралюм ФТ-02 либо другой Фурье-спектрометр или дисперсионный спектрометр, однолучевой или двухлучевой, позволяющий проводить измерения в диапазоне частот (волновых чисел) 900—1050 $см^{-1}$ с разрешением 4 $см^{-1}$, с системой обработки данных, осуществляющей перевод спектра в поглощение, масштабирование спектров по осям *x и y*, считывание спектров с точностью до 1 $см^{-1}$ по волновому числу и поглощение не хуже 0,001 единицы оптической плотности.

Кюветы для жидких проб с окнами из хлористого натрия (NaCl) или бромистого калия (KBr) с фиксированной оптической длиной от 0,6 до 1 мм. В однолучевых приборах используют пары кювет, спектры чистого растворителя в которых не должны отличаться друг от друга более чем на 0,01 единицы оптической плотности. Так же подбирают кюветы и для двухлучевых приборов.

Испаритель вакуум-ротационный.

Колбы 2-10-1; 2-25-1; 2-50-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-1-1-1; 1-1-1-5; 1-2-1-10 по ГОСТ 29228.

Пипетки Пастера или шприцы для заполнения жидкостных кювет из материала, устойчивого к растворителю (фторопласт, стекло) по действующим нормативным документам.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0002 г.

Баня водяная.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288 или сероуглерод технический по ГОСТ 19213.

Кальций хлористый безводный.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Метилэлаидат (МЭ) и метилолеат (МО), с содержанием основного вещества не менее 99 % по [1].

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

5.3 Подготовка к проведению измерения

5.3.1 Подготовка растворителей

Четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288 засыпают прокаленным хлористым кальцием (50 г на 1 $дм^3$ четыреххлористого углерода) и оставляют на сутки. После этого четыреххлористый углерод перегоняют (температура кипения 77 °С) на водяной бане.

Допускается использовать в качестве растворителя сероуглерод по ГОСТ 19213. В этом случае от него отделяют воду в делительной воронке по ГОСТ 25336, сушат над прокаленным хлористым кальцием (как указано выше) и перегоняют (температура кипения 46 °С) на водяной бане с выносным обогревом (с подачей горячей воды от выносного водоподогревателя).

5.3.2 Приготовление основных и градуировочных растворов

5.3.2.1 Приготовление основных и вспомогательного растворов

В мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 25 $см^3$ взвешивают (0,50 ± 0,05) г метилэлаидата на лабораторных весах по ГОСТ 24104, записывая результат взвешивания до четвертого десятичного знака, и доводят до метки четыреххлористым углеродом (сероуглеродом). Колбу закрывают и раствор хорошо перемешивают. Так же готовят раствор метилолеата по [1]. Исходя из точных навесок вычисляют массовую концентрацию основных растворов. Она должна быть приблизительно равна 0,020 $г/см^3$. Срок хранения основных растворов — 3 мес при температуре (5 ± 2) °С.

Далее готовят вспомогательный раствор метилэлаидата массовой концентрацией около 0,002 $г/см^3$ (точная массовая концентрация должна быть вычислена исходя из массовой концентрации основного раствора). Для этого пипеткой по ГОСТ 29228 вместимостью 5 $см^3$ переносят 5,00 $см^3$ основного раствора метилэлаидата в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят до метки четыреххлористым углеродом (сероуглеродом). Колбу закрывают пробкой, и раствор хорошо перемешивают. Вспомогательный раствор метилэлаидата хранится 1 мес при температуре (5 ± 2) °С.

5.3.2.2 Градуировочные растворы трансизомеров массовыми долями 1 %, 4 % и 7 %

В мерных колбах по ГОСТ 1770 вместимостью 10 $см^3$ взвешивают метилолеат в количествах, указанных в таблице 1, записывая результат взвешивания до четвертого десятичного знака. Добавляют пи-

петкой соответствующие объемы вспомогательного раствора метилэлаидата концентрацией 0,002 г/см^3 в каждую из колб, доводят до метки четыреххлористым углеродом (сероуглеродом), закрывают пробкой и раствор хорошо перемешивают.

Таблица 1 — Соотношения компонентов для получения градуировочных растворов трансизомеров массовыми долями 1 %, 4 % и 7 %

Номинальная массовая доля трансизомеров, %	Вспомогательный раствор метилэлаидата, см^3	Метилолеат, г
1	1,00	0,198 ± 0,005
4	4,00	0,192 ± 0,005
7	7,00	0,186 ± 0,005

5.3.2.3 Градуировочные растворы трансизомеров массовыми долями 10 %, 30 %, 50 % и 70 %

В мерные колбы вместимостью 10 см^3 переносят пипеткой объемы основного раствора метилэлаидата концентрацией 0,020 г/см^3 и основного раствора метилолеата концентрацией 0,020 г/см^3 в количествах, указанных в таблице 2. Отмеренные объемы должны заполнять колбы точно до метки 10 см^3.

Таблица 2 — Соотношения компонентов для получения градуировочных растворов трансизомеров массовыми долями 10 %, 30 %, 50 % и 70 %

Номинальная массовая доля трансизомеров, %	Основной раствор метилэлаидата, см^3	Основной раствор метилолеат, г
10	1,00	9,00
30	3,00	7,00
70	7,00	3,00
50	5,00	5,00

5.3.3 Градуировка

5.3.3.1 Для каждого градуировочного раствора (см. 5.3.2.2 и 5.3.2.3) вычисляют точную массу трансизомеров в пересчете на метилэлаидат m, г, содержащуюся в 10 см^3 раствора, учитывая точное значение исходной навески и последовательное разведение, по формуле

$$m = CV, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация вспомогательного (для градуировочной зависимости менее 10 % трансизомеров) и основного (для градуировочной зависимости 10 % и более трансизомеров) растворов, г/см^3;

V — объем вспомогательного (для градуировочной зависимости менее 10 % трансизомеров) и основного (для градуировочной зависимости 10 % и более трансизомеров) растворов, см^3.

Каждый градуировочный раствор (см. 5.3.2.2 и 5.3.2.3) анализируют, определяют высоту пика поглощения трансизомеров в области 966 см$^{-1}$—968 см$^{-1}$ и делают коррекцию базовой линии так, как это описано в 5.5.

5.3.3.2 Для трансизомеров массовой долей менее 10 %, используя метод наименьших квадратов, строят градуировочную прямую в координатах: скорректированные по базовой линии значения поглощений при 966—968 см$^{-1}$ для градуировочных растворов трансизомеров массовой долей 1 %, 4 %, 7 % и 10 % (ось y) — масса метилэлаидата в граммах в 10 см^3 градуировочного раствора (ось x) и определяют угол наклона и отрезок, отсекаемый на оси y продолжением градуировочной прямой.

5.3.3.3 Для трансизомеров массовой долей 10 % и более также строят градуировочную прямую по 5.3.3.2, используя градуировочные растворы массовой долей 7 %, 10 %, 30 %, 50 % и 70 %.

5.3.3.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят после смены реактивов, но не реже одного раза в 6 мес. Для этого используют любой градуировочный раствор трансизомеров массовой долей менее 10 % и градуировочный раствор трансизомеров массовой долей 10 % и более. Эти растворы должны быть приготовлены заново по 5.3.2.2 и по 5.3.2.3.

Стабильность градуировочных характеристик считают удовлетворительной, если для каждого градуировочного раствора выполняется следующее неравенство:

$$\left|\frac{m_0 - m_{МЭ}}{m_{МЭ}}\right| 100 \le K, \qquad (2)$$

где m_0 — масса трансизомеров в градуировочном растворе в пересчете на метилэлаидат г;

$m_{МЭ}$ — масса трансизомеров, определенная в градуировочном растворе по формуле (4), с использованием градуировочных характеристик, в пересчете на метилэлаидат, г;

$K = 10$ % — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики.

Если неравенство (2) не выполняется, то эксперимент повторяют. Если результат повторного эксперимента неудовлетворительный, то выясняют причины, приводящие к получению неудовлетворительных результатов контроля, и устраняют их. В случае невозможности устранения причин, приводящих к превышению норматива, градуировочную прямую строят заново.

5.3.4 Приготовление метиловых эфиров

5.3.4.1 Пробу анализируемого продукта, подготовленного по 4.1, 4.2, массой 0,5—1,0 г, преобразовывают в метиловые эфиры жирных кислот по [2] и полностью отгоняют растворитель с помощью вакуум-ротационного испарителя.

5.3.4.2 В мерной колбе вместимостью 10 см^3 взвешивают (0,20 ± 0,01) г метиловых эфиров (см. 5.3.4.1), записывая результат взвешивания до четвертого десятичного знака. Содержимое колбы доводят до метки четыреххлористым углеродом (сероуглеродом). Колбу закрывают пробкой, и раствор хорошо перемешивают.

5.4 Проведение измерений

5.4.1 Настройку рабочих параметров спектрометра и параметры регистрации спектров устанавливают в соответствии с руководством по эксплуатации прибора для получения инфракрасного спектра с разрешающей способностью 4 см$^{-1}$, охватывающего спектральный диапазон 900 ± 1050 см$^{-1}$. Параметры регистрации должны быть идентичны как для градуировочных растворов, так и для анализируемых проб продуктов.

5.4.2 Однолучевые спектрометры

Чистую кювету заполняют четыреххлористым углеродом (сероуглеродом) и удаляют все воздушные пузырьки. Записывают однолучевой спектр, чтобы использовать его в дальнейшем для сравнения (фон).

Затем заполняют чистую кювету раствором метилового эфира (см. 5.3.4.2) и записывают однолучевой спектр пробы. Далее сопоставляют спектр пробы со спектром фона и преобразовывают в единицы поглощения.

5.4.3 Двухлучевые спектрометры

Чистую кювету заполняют четыреххлористым углеродом сероуглеродом), удаляют все воздушные пузырьки, закрывают и помещают в ячейку канала сравнения. Заполняют вторую парную кювету раствором метилового эфира (см. 5.3.4.2). Удаляют все воздушные пузырьки, закрывают и помещают в ячейку канала образца. Делают запись спектра и преобразовывают в единицы поглощения.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 На спектре анализируемой пробы продукта проводят базовую линию к полосе поглощения при 966—968 см$^{-1}$ (приложение А).

Точки на спектре, между которыми проведена базовая линия, зависят от пика поглощения. Базовые линии должны быть проведены одинаково как для градуировочных растворов, так и для анализируемых проб продукта. Для анализируемых проб продукта с высокой массовой долей трансизомеров базовая линия должна быть проведена к минимуму около 985 см$^{-1}$ (см. рисунок А.1).

5.5.2 Вычисляют скорректированное по базовой линии поглощение A_c по формуле

$$A_c = A_p - A_b, \qquad (3)$$

где A_p — поглощение пика 966—968 см$^{-1}$;

A_b — поглощение на базовой линии.

Положение максимума пика будет изменяться в зависимости от прибора и массовой доли трансизомеров в анализируемой пробе. Положение максимума должно быть установлено для каждого прибо-

ра на градуировочном растворе, содержащем 70 % трансизомеров. Максимум пика для любой другой концентрации определяется в том же положении.

Используя градуировочные данные для трансизомеров соответствующего диапазона менее 10 % или 10 % и более, вычисляют массу метилэлаидата $m_{МЭ}$, г, в метиловых эфирах (см. 5.3.4.2) по формуле

$$m_{МЭ} = \frac{A_c - a}{b}, \quad (4)$$

где A_c — скорректированное по базовой линии поглощение пика 966—968 $см^{-1}$, ед. оптической плотности;

a — отрезок, отсекаемый продолжением градуировочной прямой на оси у, ед. оптической плотности;

b — тангенс угла наклона градуировочной прямой, ед. оптической плотности/г.

5.5.3 Массовую долю трансизомеров в пересчете на метилэлаидат $\omega_{тр}$, %, вычисляют по формуле

$$\omega_{тр} = \frac{m_{МЭ}}{m_t} \cdot 100, \quad (5)$$

где $m_{МЭ}$ — масса метилэлаидата (см. 5.5.2), г;

m_t — масса подготовленных метиловых эфиров (см. 5.3.4.2), г.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости результатов измерений (см. 5.6).

5.6 Предел повторяемости

Расхождение между результатами двух независимых единичных измерений, выполненных одним и тем же методом на идентичном анализируемом продукте в одной и той же лаборатории одним и тем же аналитиком на одном и том же оборудовании в пределах короткого интервала времени при P = 0,95, не должно превышать значений пределов повторяемости r:

20 % отн. для трансизомеров массовой долей до 10 % включительно;

10 % отн. для трансизомеров массовой долей свыше 10 %.

5.7 Предел воспроизводимости

Расхождения между двумя единичными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом продукте в различных лабораториях различными операторами на различном оборудовании при P = 0,95 не должно превышать пределов воспроизводимости R:

40 % отн. для трансизомеров массовой долей до 10 % включительно;

20 % отн. для трансизомеров массовой долей свыше 10 %.

5.8 Границы относительной погрешности δ, при P = 0,95:

±30 % для трансизомеров массовой долей до 10 % включительно;

±15 % для трансизомеров массовой долей свыше 10 %.

6 Определение массовой доли изолированных трансизомеров жирных кислот методом газовой хроматографии с использованием капиллярной колонки

6.1 Область применения

Метод предназначен для определения массовой доли трансизомеров жирных кислот в жировых продуктах при массовой доле трансизомеров жирных кислот в указанных продуктах менее 10 %.

Метод применяют при возникновении разногласий для указанного предела измерений.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (ПИД), программированием температуры, инжектором для капиллярных колонок и делителем потока (приблизительно 1:100) серии Хроматэк-Кристалл или аналогичный.

Капиллярная колонка с высокополярной неподвижной фазой CP™-Sil 88 (длиной от 50 до 100 м, с внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной пленки жидкой фазы 0,20 мкм); SP-2340 (длиной 60 м, с внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной пленки жидкой фазы 0,20 мкм); BPX-70 (длиной 50 м, с внутренним диаметром 0,22 мм, толщиной пленки жидкой фазы 0,25 мкм) или подобной высокополярной цианопропиловой фазой SP-2380 и SP-2560, обеспечивающей аналогичное разделение различных геометрических изомеров.

Для лучшего разделения рекомендуется капиллярная колонка длиной 100 м с высокополярной неподвижной фазой SP-2560 и CP™-Sil 88.

Микрошприц вместимостью 1 и 10 мм^3 по действующему нормативному документу.

Гептан для хроматографии по ГОСТ 25828 (н-гептан).

Гексан для хроматографии.

Воздух по ГОСТ 17433, класс загрязненности 0. Допускается использовать компрессоры любого типа, обеспечивающие необходимое давление и чистоту воздуха согласно инструкции по эксплуатации хроматографа.

Технический водород марки А по ГОСТ 3022 или электролизный водород от генератора водорода.

Газ-носитель газохроматографической чистоты, высушенный и освобожденный от кислорода: газообразный азот по ГОСТ 9293, особой чистоты;

газообразный гелий марки А;

технический водород марки А по ГОСТ 3022 или электролизный водород от генератора водорода.

Примечание — Водород в качестве газа-носителя может удваивать скорость анализа, но чрезвычайно опасен. Работать с водородом можно только с использованием предохранительных приспособлений!

стандартные образцы метиловых эфиров жирных кислот, содержащих трансизомеры [3].

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6.3 Подготовка к проведению измерений

6.3.1 Подготовка проб — по 4.1, 4.2.

6.3.2 Приготовление метиловых эфиров жирных кислот — по [2].

6.4 Проведение измерений

6.4.1 Включение и работа с хроматографом — в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

6.4.2 Выбор условий измерений

При выборе условий измерений с капиллярной колонкой учитывают следующие переменные величины:

- длину и внутренний диаметр колонки;
- природу и количество неподвижной фазы;
- температурные условия;
- линейную скорость газа-носителя;
- требуемое деление потока;
- количество испытуемой пробы.

Выбор оптимальных условий газовой хроматографии при температуре инжектора и детектора 250 °С — в соответствии с таблицами 3, 4 (см. также приложение Б).

Таблица 3 — Рекомендуемые условия газовой хроматографии для колонок длиной менее 100 м

Обозначение параметра	Рекомендуемые оптимальные условия		
Неподвижная фаза	SP-2340	CP™-Sil 88	BPX-70
Длина колонки, м	60	50	50
Температурные условия, °С	Изотерма 192	Изотерма 175	Изотерма 198
Давление на входе в колонку, кПа	125	130	155
Линейная скорость газа-носителя (гелия, азота), см/с	15	19	17

Таблица 4 — Рекомендуемые условия газовой хроматографии для колонок длиной 100 м

Обозначение параметра	Рекомендуемые оптимальные условия		
Неподвижная фаза	SP-2560	CP™-Sil 88	CP™-Sil 88
Температурные условия, °С	От 120 °С до 240 °С со скоростью 4—8 °С/мин	Изотерма 150	Изотерма 175
Давление на входе в колонку, кПа	220	170	160
Линейная скорость газа-носителя (гелия, азота), см/с	30	30	30

Примечание —При наличии в анализируемой пробе жирных кислот с числом углеродных атомов в цепи менее 10 начальную температуру программирования снижают до удовлетворительного отделения пиков метиловых эфиров низкомолекулярных жирных кислот от пика растворителя.

6.4.3 Подбор оптимальных условий хроматографического анализа

Отбирают микрошприцем 0,3—1,0 мм^3 раствора метиловых эфиров (массовой концентрацией приблизительно 7 мг/см^3 в н-гептане или гексане), приготовленных из анализируемой пробы по [2], и вводят в газовый хроматограф.

Сравнивают полученную хроматограмму с типичными хроматограммами, приведенными в приложении В. Если полученное разделение не идентично этим хроматограммам, то требуются небольшие изменения в температуре термостата колонок. Температуру термостата колонок постепенно уменьшают или увеличивают на 1 °С, пока не получат разделение, идентичное типичным хромато-граммам.

Эти небольшие поправки требуются, чтобы скорректировать различия как между колонками, так и между приборами контроля температуры, и обычно они находятся в диапазоне только нескольких градусов (плюс или минус) от указанного значения.

Если условия газохроматографического анализа подобраны правильно, полученное разделение должно позволить идентифицировать небольшую примесь изомера С18:1 11цис после пика С18:1 9цис в рафинированных маслах, например соевом. Два цисизомера С18:1 должны четко разделяться (см. приложение В).

6.4.4 Идентификация пиков

Для масел и жиров, рафинированных при высокой температуре, число трансизомеров ограничено, так как у двойных связей образуются только геометрические изомеры в том же самом природном положении. Для жирных кислот С18 образуются такие специфические изомеры:

- С18:1 9транс;
- С18:2 9цис 12транс, С18:2 9транс 12цис;
- С18:3 9,12,15 транс-цис-транс, цис-цис-транс, цис-транс-цис и транс-цис-цис.

В некоторых пробах также найдены изомеры С18:2 9транс 12транс и С18:3 транс-транс-цис в очень маленьких количествах.

Для жировых продуктов, содержащих молочный жир и/или частично гидрогенизированные масла и жиры, трансизомеры идентифицируются с помощью значений эквивалентной длины цепи (ЭДЦ), позволяющих оценить порядок выхода из колонки трансизомеров в зависимости от положения двойной связи в трансконфигурации в углеродной цепи (см. приложение Г).

6.4.5 Проведение измерения

6.4.5.1 Проводят холостой опыт с н-гептаном или гексаном. В холостом опыте не должны быть обнаружены никакие пики. Это испытание повторяют после анализа каждых десяти проб.

6.4.5.2 Отбирают микрошприцем 0,3—1,0 мм^3 раствора метиловых эфиров, приготовленных из анализируемой пробы, и вводят в газовый хроматограф. Идентифицируют пики на хроматограмме.

6.5 Обработка результатов

6.5.1 Относительную массу каждого компонента ω_x, %, вычисляют по формуле

$$\omega_x = \frac{A_x \cdot 100}{A_t}, \qquad (6)$$

где A_x — площадь пика, соответствующего компоненту x, мм^2;

A_t — сумма площадей всех пиков, исключая пик растворителя, мм^2.

6.5.2 Вычисление массовой доли трансизомеров жирных кислот

6.5.2.1 Для масел и жиров, рафинированных при высокой температуре, а также для других жировых продуктов, не содержащих молочный жир и/или частично гидрогенизированные масла и жиры

Вычисляют массовую долю трансизомеров жирных кислот как сумму относительных масс С18:1 транс, С18:2 транс и С18:3 транс метиловых эфиров жирных кислот.

Максимально возможные пики трансизомеров, которые могут образоваться: С18:1 транс (1 пик), С 18:2 транс (2 пика) и С18:3 транс (4 пика).

6.5.2.2 Для жировых продуктов, содержащих молочный жир и/или частично гидрогенизированные масла и жиры

Вычисляют массовую долю трансизомеров жирных кислот как сумму относительных масс всех метиловых эфиров жирных кислот, содержащих двойные связи в трансконфигурации.

6.5.2.3 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости результатов измерений (см. 6.6).

Если результат определения массовой доли трансизомеров в испытуемой пробе менее 2 %, то окончательный результат записывают до второго десятичного знака.

Если результат определения массовой доли трансизомеров в испытуемой пробе 2 % и более, то окончательный результат записывают до первого десятичного знака.

6.6 Предел повторяемости

Расхождение между результатами двух независимых единичных измерений, выполненных одним и тем же методом на идентичном анализируемом продукте в одной и той же лаборатории одним и тем же аналитиком на одном и том же оборудовании в пределах короткого интервала времени, при P = 0,95 не должно превышать значений пределов повторяемости r:

20 % отн. для трансизомеров массовой долей до 2 % включительно;

8 % отн. для трансизомеров массовой долей свыше 2 % до 5 % включительно;

5 % отн. для трансизомеров массовой долей свыше 5 % до 10 % включительно.

6.7 Предел воспроизводимости

Расхождение между двумя единичными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом продукте в различных лабораториях различными операторами, на различном оборудовании, при P = 0,95 не должно превышать значений пределов воспроизводимости R:

40 % отн. для трансизомеров массовой долей до 2 % включительно;

16 % отн. для трансизомеров массовой долей свыше 2 % до 5 % включительно;

10 % отн. для трансизомеров массовой долей свыше 5 % до 10 % включительно.

6.7 Границы относительной погрешности δ, при P = 0,95:

$\pm$30 % для трансизомеров массовой долей до 2 % включительно;

$\pm$12 % для трансизомеров массовой долей свыше 2 % до 5 % включительно;

$\pm$8 % для трансизомеров массовой долей свыше 5 %до 10 % включительно.

7 Определение массовой доли изолированных трансизомеров жирных кислот методом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО)

7.1 Область применения

Метод предназначен для экспрессного (около 5 мин) определения массовой доли изолированных трансизомеров в жировых продуктах с уровнем трансизомеров 1 % и более. Метод не применим к продуктам:

- содержащим высокие уровни (более 5 %) сопряженных ненасыщенных связей (например, тунговое масло),

- содержащим функциональные группы, которые изменяют интенсивность С-Н деформационной двойной связи в трансконфигурации [например, касторовое масло, содержащее рицинолевую кислоту или ее геометрический изомер, рицинэлаидиновую кислоту (12-гидрокси-9-октадеценовая кислота)],

- представляющим собой смешанные триглицериды, имеющие длинно- и короткоцепочечные радикалы (типа диацетостеарина),

- любым другим, содержащим компоненты, имеющие функциональные группы, которые дают полосы поглощения достаточно близко к полосе С-Н деформационной изолированной двойной связи в трансконфигурации с частотой (волновым числом) 966—968 $см^{-1}$.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Инфракрасный Фурье-спектрометр или дисперсионный однолучевой спектрометр, позволяющий проводить измерения в диапазоне 900—1050 $см^{-1}$ с разрешением 4 $см^{-1}$, с системой обработки данных, осуществляющей перевод спектра в поглощение, масштабирование спектров по осям *x и y*, считывание спектров с точностью до 1 $см^{-1}$ по волновому числу и поглощение не хуже 0,001 единицы оптической плотности, а также определение площади под пиком полосы поглощения при 966—968 $см^{-1}$.

Приставка НПВО с призмой из селенида цинка (или аналогичной), позволяющая поддерживать температуру (65 ± 2) °С. Вместимость ячейки должна быть приблизительно 50 мкл. Для полосы при 966 ± 968 $см^{-1}$ отношение сигнал-шум в диапазоне 900—1050 $см^{-1}$ должно быть равно 10:1 или более для пробы, содержащей 1 % триэлаидина. Уровень шума спектра поглощения пустой приставки, полученного за 1 мин, при разрешении 4 $см^{-1}$ в диапазоне 900—1050 $см^{-1}$, не должен превышать 0,0005 единицы оптической плотности.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,0002 г.

Триэлаидин (ТЭ) и триолеин (ТО) с содержанием основного вещества не менее 99 %\[1] Стакан по ГОСТ 25336, вместимостью 10 $см^3$. Масло растительное, рафинированное отбеленное.

7.3 Подготовка к измерению

7.3.1 Приготовление градуировочных смесей

В стаканчиках по ГОСТ 25336 вместимостью 10 $см^3$ взвешивают с записью результата до четвертого знака (0,3—*x*) г триолеина и *x* г триэлаидина, где *x* равен (0,0030 ± 0,0005) г, (0,0150 ± 0,0005) г, (0,0300 ± 0,0005) г, (0,0600 ± 0,0005) г, (0,0900 ± 0,0005) г, (0,1200 ± 0,0005) г и (0,1500 ± 0,0005) г, и получают градуировочные смеси массовой долей около 1 %, 5 %, 10 %, 20 %, 30 %, 40 % и 50 % соответственно. Исходя из взятой навески, для каждой градуировочной смеси вычисляют точную массовую долю триэлаидина (в процентах), округляя результат до второго десятичного знака.

7.3.2 Градуировка

Анализируют каждую градуировочную смесь ТЭ/ТО и определяют общую площадь под полосой поглощения при 966—968 $см^{-1}$, как описано в 7.5.

Пример ИК-спектра НПВО приведен в приложении Д.

С помощью метода наименьших квадратов строят градуировочную зависимость в координатах: площадь под полосой поглощения при 966—968 $см^{-1}$ (ось *y*) — массовая доля ТЭ (ось *x*). Определяют тангенс угла наклона и отрезок, отсекаемый на оси *y* градуировочной прямой.

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется периодически, но не реже одного раза в 6 мес.

Критерий стабильности градуировочных характеристик — по 5.3.3.4.

7.3.3 Подготовка пробы — по 4.1, 4.2.

7.4 Проведение измерений

Задают параметры сканирования в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра и приставки НПВО: спектральный диапазон 900—1050 $см^{-1}$, 64 скана (или другое число сканов, требуемое для достижения отношения сигнал-шум в этом диапазоне не более 0,0005 единицы поглощения), разрешение 4 $см^{-1}$. Параметры регистрации спектров должны быть идентичны как для анализируемых образцов, так и для градуировочных смесей. Для твердых образцов триглицеридов температуру ячейки НПВО следует поддерживать (65 ± 2) °С, но она должна быть одинакова как для материала сравнения, так и для анализируемой пробы.

На призму ячейки наносят несколько капель материала сравнения (материала должно быть достаточно, чтобы полностью покрыть поверхность призмы НПВО). Для градуировочных смесей ТЭ/ТО следует использовать в качестве материала сравнения ТО. Для анализируемых проб в качестве материала сравнения используют рафинированное отбеленное растительное масло.

Регистрируют сравнительный (фоновый) спектр. Очищают призму, вытирая ее мягкой хлопчатобумажной тканью без ворса. На призму наносят анализируемую пробу и регистрируют спектр поглощения при тех же параметрах, что и фоновый спектр.

7.5 Обработка результатов

Определяют площадь под пиком полосы в области 966—968 $см^{-1}$ в пределах спектрального диапазона 945—990 $см^{-1}$.

Используя градуировочные характеристики, вычисляют массовую долю трансизомеров в пересчете на метилэлаидат в анализируемой пробе ω, %, по формуле

$$\omega = \frac{S - a}{b}, \qquad (7)$$

где S — площадь под пиком полосы в области 966 $см^{-1}$—968 $см^{-1}$ в диапазоне 943—990 $см^{-1}$, $см^2$;

a — отрезок, отсекаемый продолжением градуировочной прямой на оси y, $см^2$;

b — тангенс угла наклона градуировочной прямой, $см^2/\%$.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости результатов измерений (см. 7.6).

7.6 Предел повторяемости

Расхождение между результатами двух независимых единичных измерений, выполненных одним и тем же методом на идентичном анализируемом продукте в одной и той же лаборатории одним и тем же аналитиком на одном и том же оборудовании в пределах короткого интервала времени при P = 0,95, не должно превышать значений пределов повторяемости r:

20 % отн. для значений массовых долей трансизомеров до 10 % включительно;

10 % отн. для значений массовых долей трансизомеров свыше 10 %.

7.7 Предел воспроизводимости

Расхождение между двумя единичными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичном анализируемом продукте в различных лабораториях различными операторами на различном оборудовании при P = 0,95, не должно превышать значений пределов воспроизводимости R:

40 % отн. для значений массовых долей трансизомеров до 10 % включительно;

20 % отн. для значений массовых долей трансизомеров свыше 10 %.

7.8 Границы относительной погрешности δ, при P = 0,95:

±30 % для значений массовых долей трансизомеров до 10 % включительно;

±15 % для значений массовых долей трансизомеров свыше 10 %.

8 Требования безопасности при выполнении определений

8.1 При выполнении определений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

8.2 При выполнении определений по разделу 5 необходимо соблюдать дополнительные требования техники безопасности.

Четыреххлористый углерод — сильный канцероген! Относится к высокоопасным соединениям (2-й класс опасности). Обладает токсическим действием при вдыхании его паров и при попадании растворителя на кожные покровы. Предельно допускаемая концентрация (ПДК) паров четыреххлористого углерода в воздухе рабочей зоны составляет 20 $мг/м^3$.

Работу с четыреххлористым углеродом следует проводить только в вытяжном шкафу с нижним воздухозабором! При этом следует исключить возможность вдыхания паров растворителя и попадания его в капельно-жидком виде на кожные покровы и слизистые оболочки.

При нарушении правил безопасной работы, в случае вдыхания паров четыреххлористого углерода (пары обладают характерным сладковатым запахом) следует немедленно работы прекратить и проветрить помещение. При попадании растворителя на кожные покровы и слизистые оболочки необходимо соответствующий участок промыть теплой водой с мылом.

Сероуглерод представляет собой сильнодействующее ядовитое легковоспламеняющееся вещество. Его необходимо хранить под слоем воды. Все работы с применением сероуглерода необходимо проводить в вытяжном шкафу.

Помещение, в котором проводят работы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией.

9 Требования к квалификации оператора

К проведению измерений допускаются лица, прошедшие специальное обучение для работы на соответствующем приборе и инструктаж по технике безопасности.

Приложение А
(справочное)

Инфракрасный спектр метиловых эфиров жирных кислот массовой долей трансизомеров 70 % и 2 %

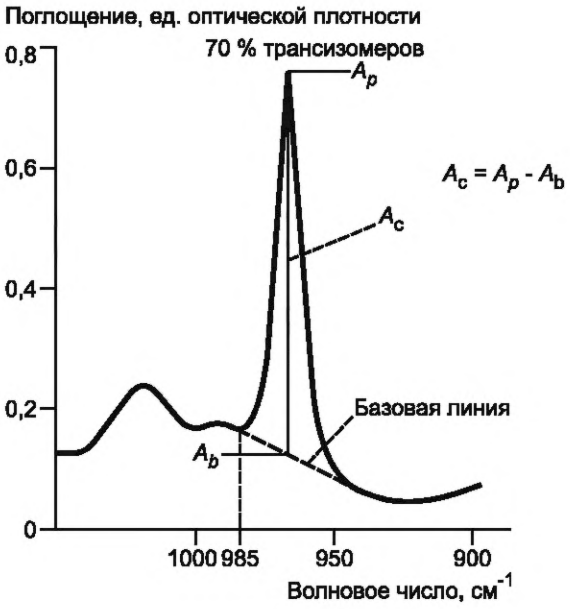


Рисунок А.1

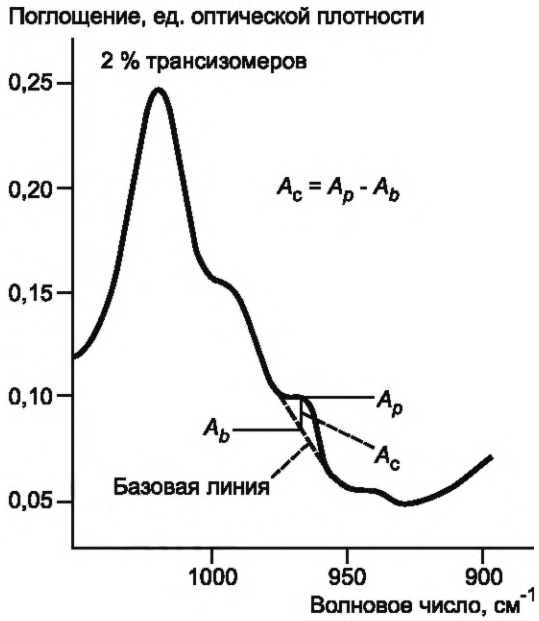
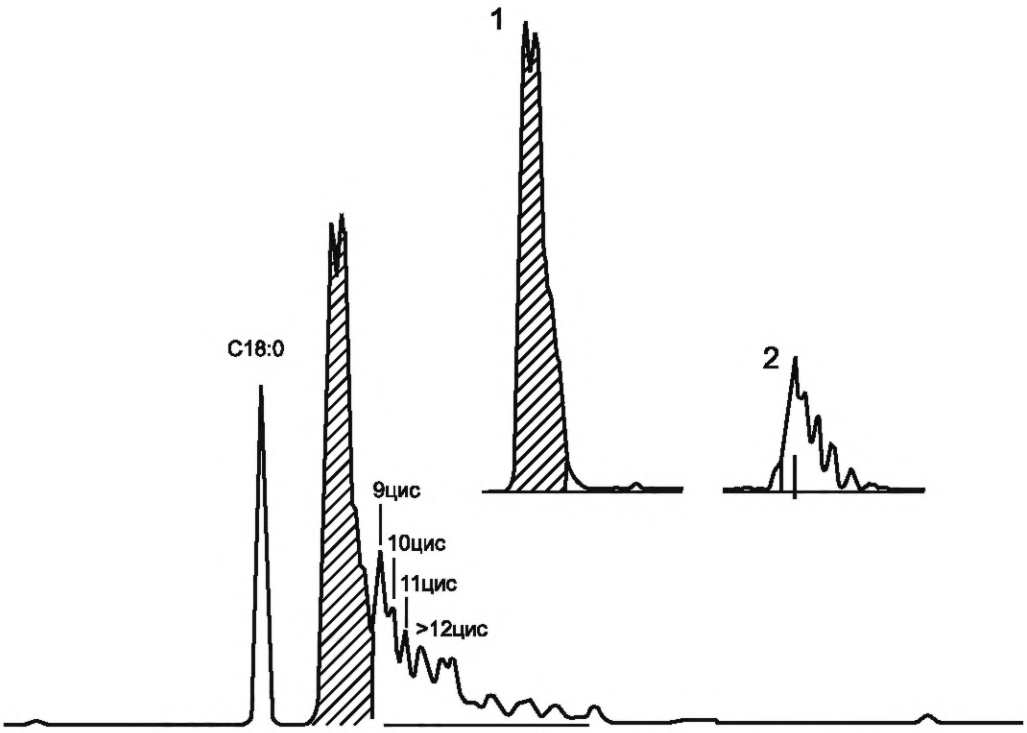


Рисунок А.2

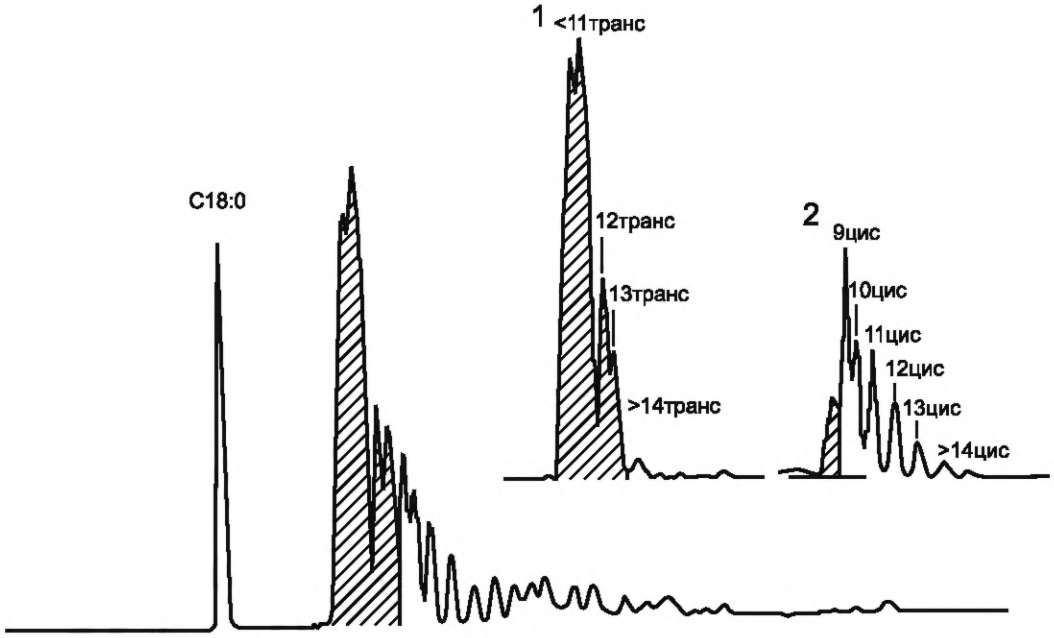
Приложение Б
(справочное)

Оптимальные условия газовой хроматографии для хроматографических колонок различных видов



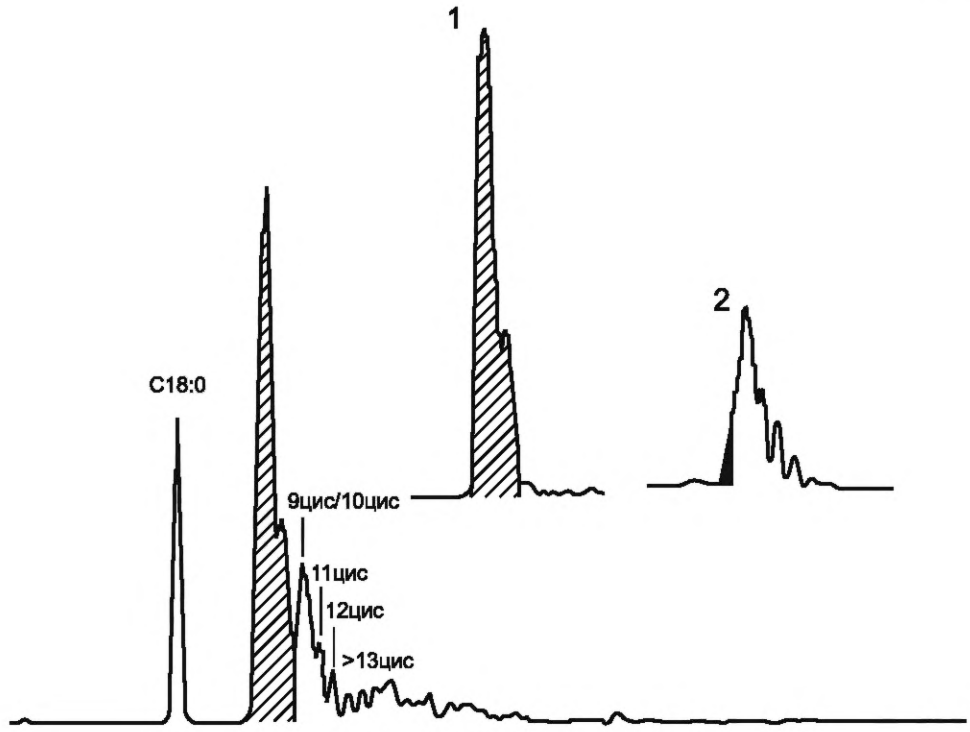
Идентификация пиков: *1*— трансмоноеновые; *2* — цисмоноеновые

Рисунок Б.1 — Оптимальные условия для колонки типа ВРХ-70 при 198 °С (изотерма)



Идентификация пиков: *1*— трансмоноеновые; *2* — цисмоноеновые

Рисунок Б.2 — Оптимальные условия для колонки типа CP^{TM}-Sil 88 при 175 °С (изотерма)

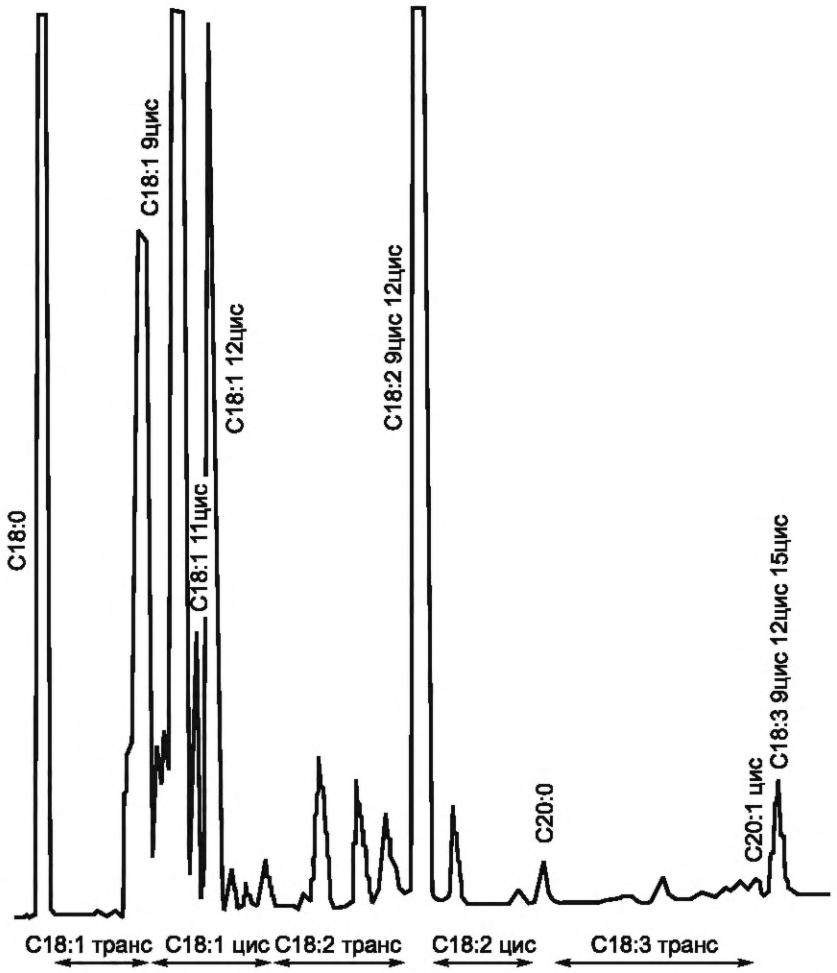


Идентификация пиков: *1*— трансмоноеновые; *2* — цисмоноеновые

Рисунок Б.3 — Оптимальные условия для колонки типа SP-2340 при 192 °С (изотерма)

Приложение В
(справочное)

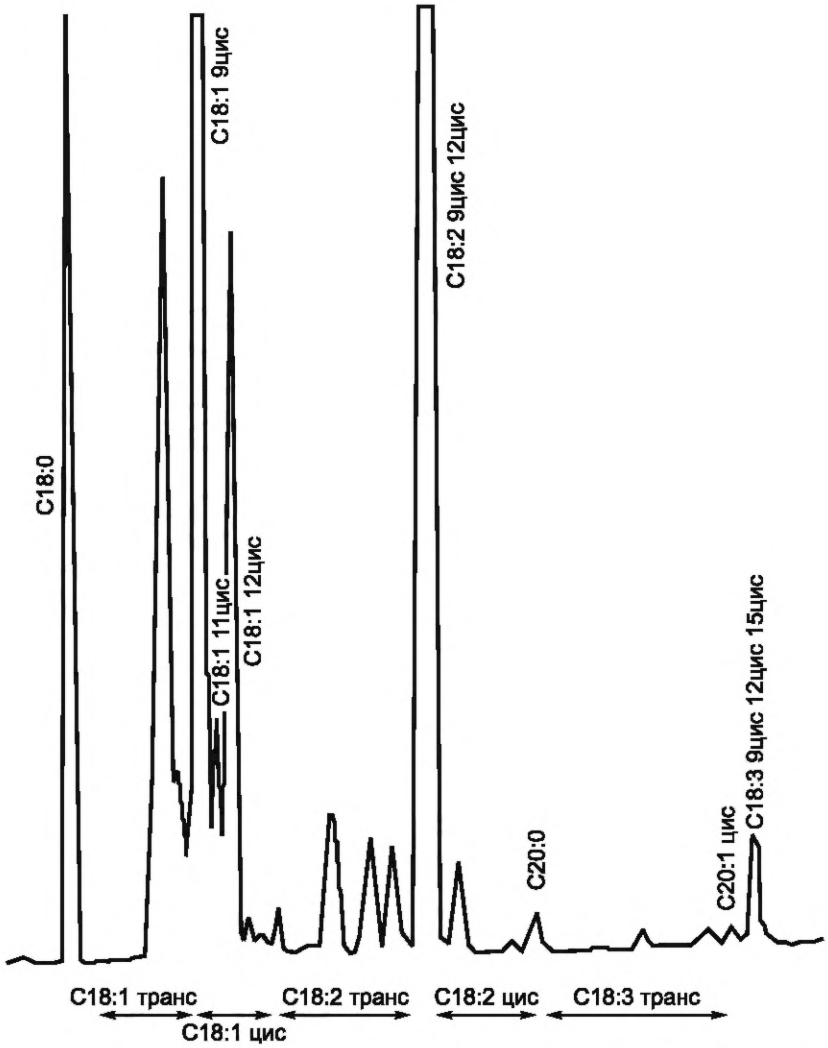
Примеры типичных хроматограмм, полученных при рекомендуемых условиях



Примечание — Получено на колонке типа CP^{TM}-Sil 88 (Chrompack) 50 м × 0,25 мм × 0,20 мкм при температуре 175 °С (изотерма). На хроматограмме показаны области цис- и трансизомеров жирных кислот

а

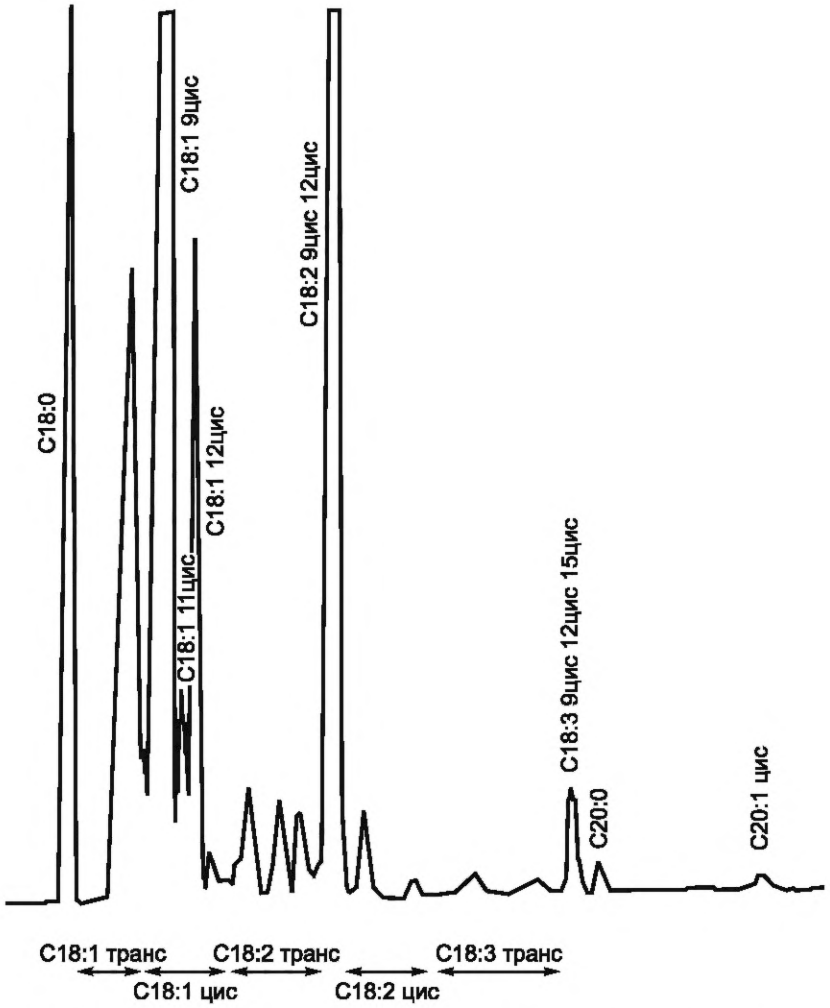
Рисунок В.1, лист 1 — Хроматограммы метиловых эфиров частично гидрогенизированного осевого масла



Примечание — Получено на колонке типа SP-2340 (Supelco) 60 м × 0,25 м × 0,20 мкм ghb ntvgthfneht 190 °С (изотерма). На хроматограмме показаны области цис- и трансизомеров жирных кислот.

б

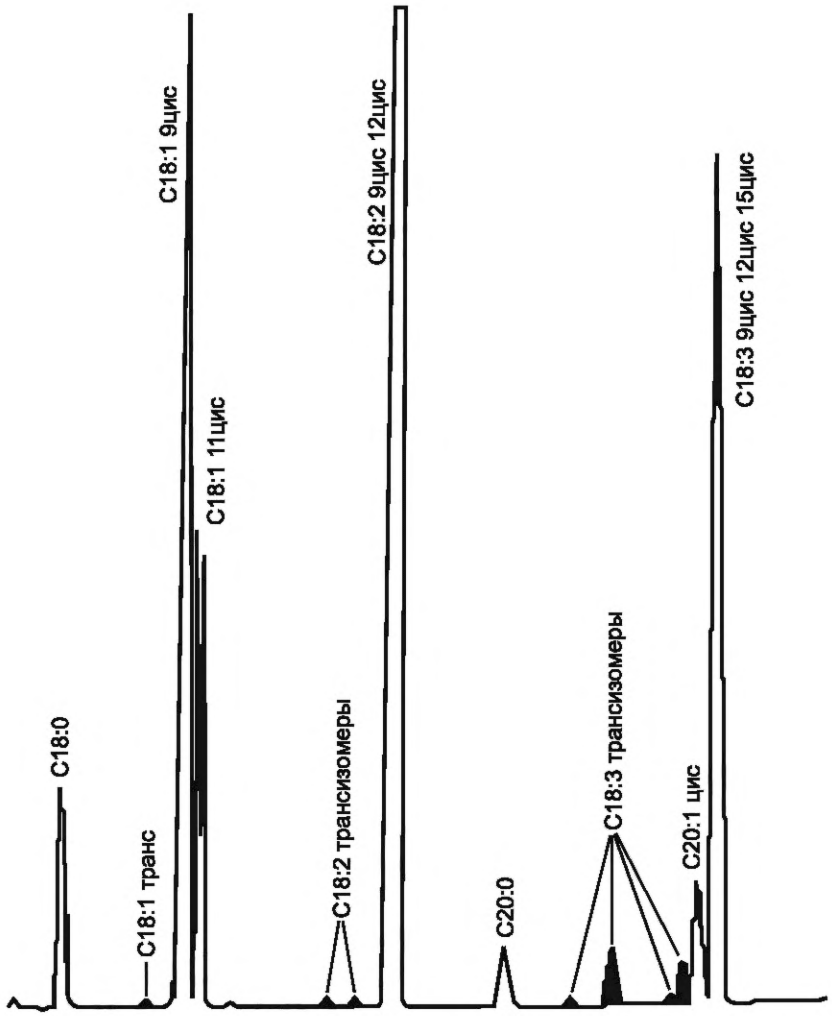
Рисунок В.1, лист 2



Примечание — Получено на колонке типа BPX-70 (SGE) 50 м × 0,22 м × 0,25 мкм при температуре 198 °С (изотерма). На хроматограмме показаны области цис- и трансизомеров жирных кислот.

в

Рисунок В.1, лист 3



Примечание — Получено на колонке типа CP™-Sil 88 50 м × 0,25 мм × 0,20 мкм (Chrompack) при температуре 175 °С (изотерма). Пики трансизомеров жирных кислот затенены.

Рисунок В.2 — Хроматограмма метиловых эфиров рапсового масла после физической рафинации

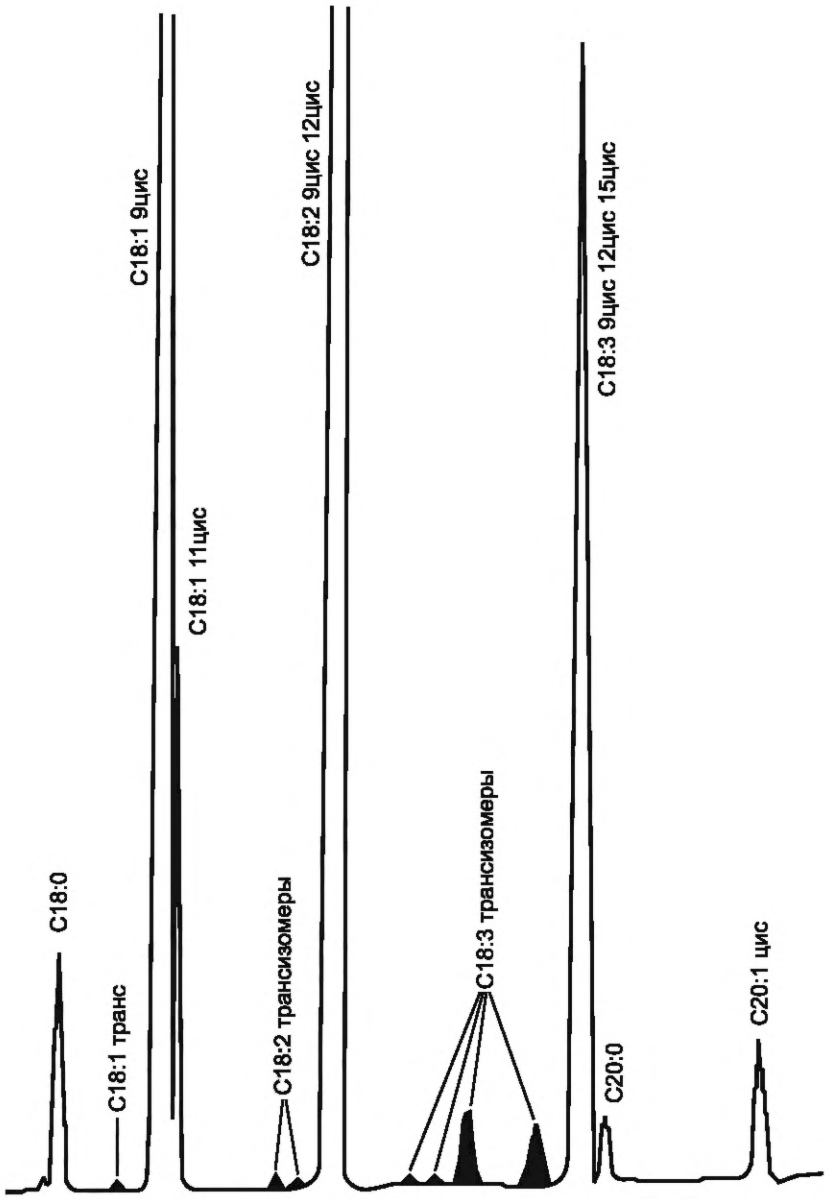


Рисунок В.3 — Хроматограмма метиловых эфиров рапсового масла после рафинации при высокой температуре

Приложение Г
(справочное)

Значения эквивалентных длин цепи

Таблица Г.1

Изомеры С18		Значения эквивалентных длин цепи при указанных неподвижной фазе и температуре		
		BPX-70 198 °С	CP™-Sil 88 175 °С	SP-2340 192 °С
С18:1	6цис	Отсутствие	18,58	Отсутствие
	7цис	»	18,58	»
	9цис	18,46	18,66	18,68
	10цис	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие
	11цис	18,53	18,74	18,76
	12цис	Отсутствие	18,80	Отсутствие
	13цис	»	18,87	»
	15цис	»	19,00	»
	6транс	Отсутствие	18,41	Отсутствие
	7транс	»	18,42	»
	9транс	18,28	18,46	8,49
	10транс	Отсутствие	18,49	Отсутствие
	11транс	»	18,52	»
	12транс	»	18,57	»
	13транс	»	18,61	»
	15транс	»	18,66	»
С18:2	9цис 12цис	19,14	19,63	19,62
	9цис 12транс	18,94	19,40	19,40
	9транс 12цис	19,02	19,49	19,48
	9транс 12транс	18,69	19,20	19,26
	12цис 15цис	Отсутствие	19,92	Отсутствие
С18:3	6цис 9цис 12цис	Отсутствие	20,28	Отсутствие
	9транс 12транс 5транс	»	20,04	»
	9транс 12цис 15транс	19,42	20,26	20,23
	9цис 12цис 15транс	19,61	20,36	20,35
	9цис 12транс 15цис	19,51	20,53	Отсутствие
	9транс 12цис 15цис	19,82	20,56	20,57
	9цис 12цис 15цис	19,93	20,67	20,68

Примечание — Данные получены для наиболее важных изомеров жирных кислот на трех высокополярных неподвижных фазах. Для точной идентификации пиков значения ЭФЦ можно уточнить с помощью стандартных образцов метиловых эфиров жирных кислот, содержащих трансизомеры [3].

Приложение Д
(справочное)

Пример ИК-спектров НПВО

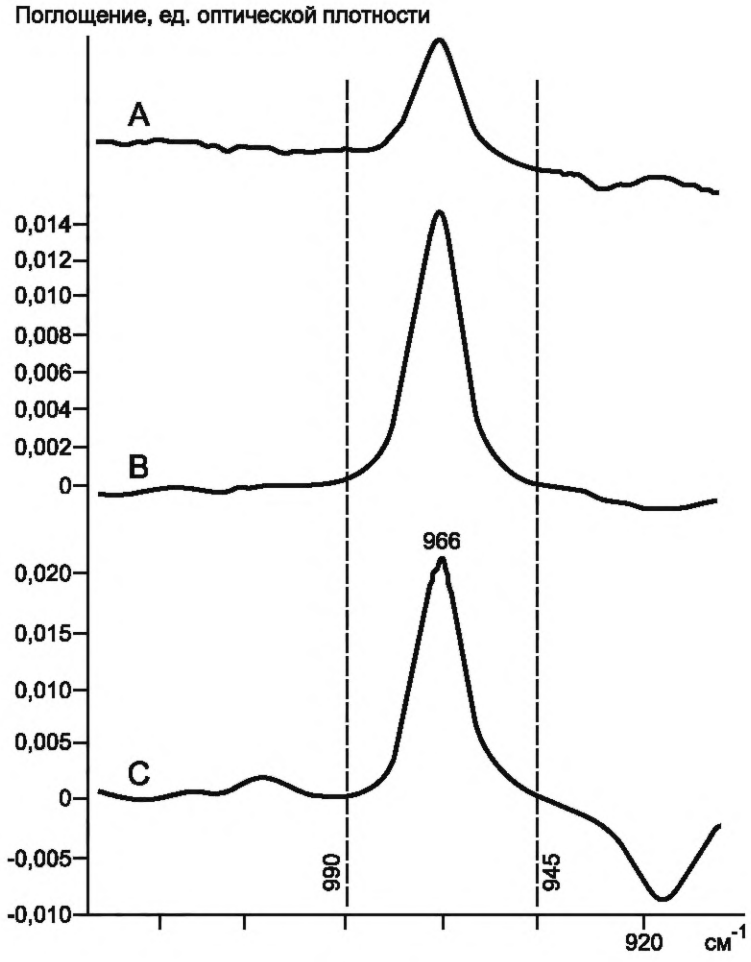


Рисунок Д.1

ИК-спектры НПВО в области 900—1050 $см^{-1}$, показывающие полосу поглощения при 966 $см^{-1}$, относящуюся к изолированным трансизомерам для:

А — 1 %-ной градуировочной смеси. Отношение сигнал-шум в этой области равно 16:1 при 64 сканах и разрешении 4 $см^{-1}$;

В — 10 %-ной градуировочной смеси;

С — анализируемого образца, состоящего из смеси растительных масел и частично гидрогенизированного осевого масла, в котором найдено около 14 % трансизомеров, в процентах к общему жиру.

Библиография

[1] Фирма-производитель Aldrich, Fluka, Sigma. Стандартные образцы
[2] ИСО 12966-2:2011 Жиры и масла животные и растительные. Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот. Часть 2. Получение метиловых эфиров жирных кислот
[3] Supelco, Larodan и др. Стандартные образцы метиловых эфиров

УДК 664.34.001.4:006.354 МКС 67.200.10 Н69 NEQ

Ключевые слова: масла растительные, жиры животные, методы измерений, трансизомеры, ИК-спектрометрия, газовая хроматография, капиллярная колонка, приставка НПВО, обработка результатов

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 27.05.2014. Подписано в печать 20.06.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,70. Тираж 133 экз. Зак. 2300.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

МКС 67.200.10

Изменение № 1 ГОСТ 31754—2012 Масла растительные, жиры животные и продукты их переработки. Методы определения массовой доли трансизомеров жирных кислот

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 66—2024 от 16.12.2024)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 17734

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, KZ, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Второй абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 240» на «ГОСТ 32188».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 8285 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 19213 Сероуглерод синтетический технический. Технические условия

ГОСТ 20288 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25828 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 26809.2 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 31665 Масла растительные и жиры животные. Получение метиловых эфиров жирных кислот

ГОСТ 32188 Маргарины. Общие технические условия

ГОСТ 32189—2013 Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля

ГОСТ 32190—2013 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затра-

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2025—02—01.

гивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку»;

дополнить сноской *:

«

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Раздел 3. Первый абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 5471» на «ГОСТ 32190—2013 (раздел 6)»;
второй абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 26809» на «ГОСТ 26809.2»;
третий абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 976» на «ГОСТ 32189—2013 (подраздел 5.1)».
Подпункт 5.3.4.1. Заменить ссылку: «[2]» на «ГОСТ 31665».
Подраздел 6.2. Девятый абзац. Последнее перечисление. Заменить ссылку: «[3]» на «[2]».
Пункт 6.3.2. Заменить ссылку: «[2]» на «ГОСТ 31665».
Пункт 6.4.3. Первый абзац. Заменить ссылку: «[2]» на «ГОСТ 31665».
Пункт 6.5.2 дополнить подпунктом 6.5.2.2а:
«6.5.2.2а Для спредов и смесей топленых растительно-сливочных и растительно-жировых

Массовую долю всех трансизомеров жирных кислот в спредах и смесях топленых растительно-сливочных и растительно-жировых (далее — спреды и смеси топленые) $Т_{сум}$, %, вычисляют по формуле

$$Т_{сум} = \sum\omega_X, \qquad (6а)$$

где $\sum\omega_X$ — сумма относительных масс каждого *X*-компонента, %.

Массовую долю трансизомеров жирных кислот в молочном жире, содержащемся в жировой фазе спредов и смесей топленых $Т_ж$, %, вычисляют по формуле

$$Т_ж = \frac{М_{Дмж} \cdot 4,0}{100}, \qquad (6б)$$

где $М_{Дмж}$ — массовая доля молочного жира в жировой фазе спредов и смесей топленых, определенная по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт*, %;

4,0 — содержание трансизомеров жирных кислот в молочном жире, %.

Массовую долю трансизомеров жирных кислот от содержания немодифицированных и модифицированных растительных масел в жировой фазе спредов и смесей топленых $Т_{рм}$, %, вычисляют по формуле

$$Т_{рм} = Т_{сум} - Т_ж. \qquad (6в)$$

Примечание — Если получены отрицательные значения, то они приравниваются к нулю»;

дополнить сноской *:

«

* В Российской Федерации действует ГОСТ 34178—2017 «Спреды и смеси топленые. Общие технические условия».

Приложение Г. Таблица Г.1. Примечание. Заменить ссылку: «[3]» на «[2]».
Элемент «Библиография» изложить в новой редакции:

«**Библиография**

[1] Стандартные образцы. Фирма-производитель Aldrich, Fluka, Sigma и др.

[2] Стандартные образцы метиловых эфиров. Фирма-производитель Supelco, Larodan и др.».

(ИУС № 4 2025 г.)

МКС 67.200.10

Изменение № 1 ГОСТ 31754—2012 Масла растительные, жиры животные и продукты их переработки. Методы определения массовой доли трансизомеров жирных кислот

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 66—2024 от 16.12.2024)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 17734

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, KZ, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 1. Второй абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 240» на «ГОСТ 32188».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 8285 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 19213 Сероуглерод синтетический технический. Технические условия

ГОСТ 20288 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25828 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 26809.2 Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 31665 Масла растительные и жиры животные. Получение метиловых эфиров жирных кислот

ГОСТ 32188 Маргарины. Общие технические условия

ГОСТ 32189—2013 Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля

ГОСТ 32190—2013 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затра-

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2025—02—01.

гивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку»;

дополнить сноской *:

«

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Раздел 3. Первый абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 5471» на «ГОСТ 32190—2013 (раздел 6)»;
второй абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 26809» на «ГОСТ 26809.2»;
третий абзац. Заменить ссылку: «ГОСТ 976» на «ГОСТ 32189—2013 (подраздел 5.1)».
Подпункт 5.3.4.1. Заменить ссылку: «[2]» на «ГОСТ 31665».
Подраздел 6.2. Девятый абзац. Последнее перечисление. Заменить ссылку: «[3]» на «[2]».
Пункт 6.3.2. Заменить ссылку: «[2]» на «ГОСТ 31665».
Пункт 6.4.3. Первый абзац. Заменить ссылку: «[2]» на «ГОСТ 31665».
Пункт 6.5.2 дополнить подпунктом 6.5.2.2а:
«6.5.2.2а Для спредов и смесей топленых растительно-сливочных и растительно-жировых

Массовую долю всех трансизомеров жирных кислот в спредах и смесях топленых растительно-сливочных и растительно-жировых (далее — спреды и смеси топленые) $Т_{сум}$, %, вычисляют по формуле

$$Т_{сум} = \sum\omega_X, \quad (6а)$$

где $\sum\omega_X$ — сумма относительных масс каждого *X*-компонента, %.

Массовую долю трансизомеров жирных кислот в молочном жире, содержащемся в жировой фазе спредов и смесей топленых $Т_ж$, %, вычисляют по формуле

$$Т_ж = \frac{М_{Дмж} \cdot 4,0}{100}, \quad (6б)$$

где $М_{Дмж}$ — массовая доля молочного жира в жировой фазе спредов и смесей топленых, определенная по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт*, %;

4,0 — содержание трансизомеров жирных кислот в молочном жире, %.

Массовую долю трансизомеров жирных кислот от содержания немодифицированных и модифицированных растительных масел в жировой фазе спредов и смесей топленых $Т_{рм}$, %, вычисляют по формуле

$$Т_{рм} = Т_{сум} - Т_ж. \quad (6в)$$

Примечание — Если получены отрицательные значения, то они приравниваются к нулю»;

дополнить сноской *:

«

* В Российской Федерации действует ГОСТ 34178—2017 «Спреды и смеси топленые. Общие технические условия».

Приложение Г. Таблица Г.1. Примечание. Заменить ссылку: «[3]» на «[2]».
Элемент «Библиография» изложить в новой редакции:

«**Библиография**

[1] Стандартные образцы. Фирма-производитель Aldrich, Fluka, Sigma и др.

[2] Стандартные образцы метиловых эфиров. Фирма-производитель Supelco, Larodan и др.».

(ИУС № 4 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru