ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ИСО 15304-2007

Жиры и масла животные и растительные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ТРАНСИЗОМЕРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ В РАСТИТЕЛЬНЫХ ЖИРАХ И МАСЛАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Тлушчы і маслы жывёльныя і раслінныя

ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ ТРАНСІЗАМЕРАЎ ТЛУСТЫХ КІСЛОТ У РАСЛІННЫХ ТЛУШЧАХ І МАСЛАХ МЕТАДАМ ГАЗАВАЙ ХРАМАТАГРАФІІ

(ISO 15304:2002, IDT)

Издание официальное

БЗ 7-2007



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.2/.3:[665.12:543.544.3.062](083.74)(476) МКС 67.200.10 КП 03 IDT

Ключевые слова: жиры растительные, жиры животные, масла растительные, масла животные, трансизомеры жирных кислот, метод газовой хроматографии

ОКП РБ 15.4

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Белорусским государственным концерном пищевой промышленности «Белгоспищепром»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 18 июля 2007 г. № 38

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту 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» (ИСО 15304:2002 «Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания трансизомеров жирных кислот в растительных жирах и маслах. Метод газовой хроматографии»).

Международный стандарт разработан комитетом ИСО/ТК 34 «Пищевые продукты», подкомитетом ПК 11 «Животные и растительные жиры и масла».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Сведения о соответствии международного стандарта, на который дана ссылка, государственному стандарту, принятому в качестве идентичного государственного стандарта, приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и материалы 2
6 Оборудование 2
7 Отбор образцов 3
8 Подготовка исследуемой пробы 3
9 Получение метиловых эфиров 3
10 Методика определения 3
11 Расчеты 5
12 Точность 6
13 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Оптимальные условия 7
Приложение В (справочное) Примеры типичных хроматограмм, полученных в рекомендованных условиях 10
Приложение С (справочное) Значения эквивалентных длин связей (ECL) 15
Приложение D (справочное) Коэффициент чувствительности ПИД и поправочный коэффициент ПИД 16
Приложение Е (справочное) Результаты межлабораторного испытания 17
Библиография 19
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии международного стандарта, на который дана ссылка, государственному стандарту, принятому в качестве идентичного государственного стандарта 20

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Жиры и масла животные и растительные ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ТРАНСИЗОМЕРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ В РАСТИТЕЛЬНЫХ ЖИРАХ И МАСЛАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Тлушчы і маслы жывёльныя і раслінныя ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ ТРАНСІЗАМЕРАЎ ТЛУСТЫХ КІСЛОТ У РАСЛІННЫХ ТЛУШЧАХ І МАСЛАХ МЕТАДАМ ГАЗАВАЙ ХРАМАТАГРАФІІ

Animal and vegetable fats and oils
Determination of the content of trans fatty acid isomers of vegetable fats and oils
Gas chromatographic method

Дата введения 2007-10-01

1 Область применения

В настоящем стандарте приведен метод газовой хроматографии с использованием капиллярных колонок для определения содержания трансизомеров жирных кислот в растительных маслах и жирах.

Данный метод разработан для определения содержания трансизомеров, образованных в процессе (высокотемпературной) очистки или в процессе гидрогенизации растительных масел или жиров, с использованием капиллярной газовой хроматографии (ГХ).

При анализе исследуемого образца данным методом возможно определение всех других жирных кислот (например, для получения полного состава жирных кислот и общего количества насыщенных жирных кислот, мононенасыщенных жирных кислот и полиненасыщенных жирных кислот).

Примечание 1 – Содержание трансизомеров, полученное этим методом, может не совпадать с содержанием трансизомеров, полученным другими методами.

Примечание 2 – В процессе (высокотемпературной) очистки (нейтрализации и дезодорации) образуются только пространственные изомеры моно- и полиненасыщенных жирных кислот; т. е. двойная(ые) связь(и) остается(ются) в том же положении. При гидрогенизации образуются как региоизомеры, так и пространственные изомеры.

Примечание 3 – Для некоторых конкретных цис- и трансизомеров, образованных при гидрогенизации, возможно совместное элюирование. Это может оказывать влияние на точность результата. Содержание указанных изомеров в частично гидрогенизированных маслах и жирах обычно незначительное.

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит требования из других публикаций посредством датированных и недатированных ссылок. При датированных ссылках на публикации последующие изменения или редакции этих публикаций действительны для настоящего стандарта только в том случае, если они введены в действие путем изменения или подготовки новой редакции. При недатированных ссылках на публикации действительно последнее издание приведенной публикации. Члены ИСО и МЭК ведут перечни действующих в настоящее время международных стандартов.

ИСО 661 Жиры и масла животные и растительные. Подготовка исследуемой пробы

ИСО 5509 Жиры и масла животные и растительные. Методики получения метиловых эфиров жирных кислот

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 содержание трансизомеров жирных кислот в (высокотемпературно) очищенных маслах и жирах (content of *trans* fatty acid isomers of (high temperature) refined oils and fats): Сумма метиловых эфиров С18:1 транс-, С18:2 транс- и С18:3 трансизомеров жирных кислот, представленная в виде массовой доли от суммы всех метиловых эфиров жирных кислот.

Издание официальное

3.2 содержание трансизомеров жирных кислот в частично гидрогенизированных маслах и жирах (content of *trans* fatty acid isomers of partially hydrogenated oils and fats): Сумма всех метиловых эфиров трансизомеров жирных кислот, содержащих двойную связь, представленная в виде массовой доли всех метиловых эфиров жирных кислот.

Примечание – Содержание трансизомеров жирных кислот представляется в процентах.

4 Сущность метода

Метилированные жирные кислоты образца разделяют по длине цепи, степени (не)насыщенности, геометрии и положению двойных связей на капиллярной газохроматографической колонке с использованием сильнополярной стационарной фазы.

5 Реактивы и материалы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты, если не указано иное.

5.1 Газ-носитель, преимущественно гелий, водород или азот с характеристиками, отвечающими требованиям газовой хроматографии, сухой, освобожденный от кислорода с помощью фильтров.

Предупреждение – Водород, который используется в капиллярных колонках, может удваивать скорость анализа по сравнению с гелием, но является опасным. В этом случае аппарат должен быть снабжен защитными устройствами.

5.2 Сертифицированный стандартный образец (ССО), BCR 162 (смесь сои и кукурузы), Европейская комиссия, Общественное бюро эталонов[1)].

Примечание – Допускается применение других ССО от надежных поставщиков, таких как компании Supelco, Larodan, Nuchek и Sigma. Для различных гидрогенизированных масел (например, лауриновые, нелауриновые масла и пальмовое масло) применяются различные ССО.

6 Оборудование

Используется следующее лабораторное оборудование.

6.1 Газовый хроматограф, снабженный капиллярной инжекционной системой (преимущественно в разделительном режиме, работающий при отношении деления потока, равном приблизительно 1:100) и пламенно-инонизационным детектором (ПИД).

6.2 Капиллярная колонка с сильнополярной стационарной фазой (например, CP™-Sil 88[2)], SP-2340[3)], BPX-70[4)] или аналогичные сильнополярные цианопропильные фазы, такие как SP-2380 и SP-2560, которые могут обеспечить одинаковую разрешающую способность различных пространственных изомеров).

Примечание – Для улучшенного разделения рекомендуются колонка 100 м SP-2560 или CP™-Sil 88 и водород в качестве газа-носителя.

Примеры размеров:

– CP™-Sil 88 (50 – 100) м × 0,25 мм (внутренний диаметр) и толщиной пленки 0,20 мкм;

– SP-2360 (50 – 100) м × 0,25 мм (внутренний диаметр) и толщиной пленки 0,20 мкм;

– SP-2340 60 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) и толщиной пленки 0,20 мкм;

– BPX-70 50 м × 0,22 мм (внутренний диаметр) и толщиной пленки 0,25 мкм.

Оптимальные условия определяются потребителем по 10.3 (см. также приложение А).

---

1) Европейская комиссия, Объединенный научный центр, Институт стандартных образцов и измерений (ИСОИ), Geel, Бельгия.

2) Поставщик – компания Chrompack, Middelburg, Нидерланды.

3) Поставщик – компания Supelco, Bellafonte, PA, США.

4) Поставщик – компания SGE Inc., Austin, Texas, США.

Приведенные типы колонок являются примерами подходящих колонок, имеющихся в продаже. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта, и эти колонки не рекламируются ИСО.

7 Отбор образцов

Отбор образцов не является частью метода, описанного в настоящем стандарте. Рекомендованный метод отбора образцов приводится в [1].

Важно, чтобы лаборатория получила представительный образец, не поврежденный и не измененный при транспортировке или хранении.

8 Подготовка исследуемой пробы

Исследуемую пробу подготавливают в соответствии с ИСО 661.

Образец перед отбором пробы тщательно перемешивают. Твердые образцы полностью расплавляют для гарантии тщательного смешивания.

9 Получение метиловых эфиров

Получение метиловых эфиров из триглицеридов подготовленного исследуемого образца проводится в соответствии с ИСО 5509.

Допускается использовать методы, описанные в [2] или [3].

Для определения трансизомеров, например в чистом оливковом масле, рекомендуется применять способ трансэтерификации, описанный в ИСО 5509, во избежание любого нагрева образцов.

10 Методика определения

10.1 Общие положения

Исследуемый образец (или партия образцов), холостой образец (*н*-гептан) и ССО (5.2) анализируют в одинаковых ГХ условиях.

10.2 Газохроматографические условия

10.2.1 Установить в газовом хроматографе одну их рекомендованных колонок (таблица 1) и задать соответствующую температуру.

Измерить и отрегулировать среднюю линейную скорость газа-носителя, как указано в таблице 1, при отношении деления потока, равном приблизительно 1:100.

В приложении В приведены типичные хроматограммы, полученные при условиях, соответствующих указанным в таблице 1.

Таблица 1 – ГХ условия для идентификации и количественного определения трансизомеров в очищенных и гидрогенизированных образцах масел

Обозначение параметра	Рекомендованные оптимальные условия		
Стационарная фаза	SP-2340	CP™-Sil 88	BPX-70
Температурные условия, °С	192	175	198
Давление на входе в колонку, кПа	125	130	155
Линейная скорость газа-носителя (гелий), см/с	15	19	17
Обозначение параметра	Рекомендованные оптимальные условия для колонок длиной 100 м		
Стационарная фаза	SP-2560	CP™-Sil 88	CP™-Sil 88
Температурные условия, °С	120 – 240 °С с 4 °С/мин	Изотерм. 150	Изотерм. 175
Давление на входе в колонку, кПа	220	170	160
Линейная скорость газа-носителя (водород), см/с	30	30	30

10.2.2 Температура инжектора и детектора должна составлять 250 °С.

10.3 Оптимальные условия хроматографического анализа

В газовый хроматограф инжектируют от 0,5 до 1,0 мкл метиловых эфиров исследуемого образца (с концентрацией приблизительно 7 мг/мл в *н*-гептане). Полученный результат хроматограммы исследуемого образца сравнивают с типичными хроматограммами аналогичного типа образца, приведенными в приложении В.

Если полученные результаты разделений не являются идентичными типичным хроматограммам, могут потребоваться небольшие изменения в температуре термостата. Температуру термостата колонок постепенно уменьшают или увеличивают на 1 °С, пока не получат разделение, идентичное типичным хроматограммам. 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.

Пик С20:1-цис будет элюироваться ранее по отношению к С18:3 9-цис,12-цис,15-цис (ццц) линоленовой кислоте, если температура термостата повышается (см. [4]).

Примечание 1 – Свойства стационарной фазы ВРХ-70 немного отличаются, что приводит к элюированию пика С20:1-цис после пика С18:3 9-цис,12-цис,15-цис при применении приведенных условий (приложение В).

Если ГХ система установлена правильно, полученное разделение позволяет проводить идентификацию небольшого количества природного С18:1 11-цисизомера, следующего за С18:1 9-цис пиком в (высокотемпературно) очищенных маслах, например соевом масле. Два С18:1-цисизомера должны четко разделяться (см. приложение В).

Примечание 2 – Гидрогенизированный рыбий жир может давать намного более широкий диапазон трансизомеров, делая идентификацию и количественное определение более трудным.

Природный С20:1-цисизомер должен располагаться точно посередине между элюирующимся последним С18:3-трансизомером (тцц) и пиком С18:3 (ццц) (линоленовой кислоты) в (высокотемпературно) очищенных маслах.

Если разделение является достаточным для данного типа анализа, в (высокотемпературно) очищенных маслах должен наблюдаться небольшой пик для С18:1-трансизомера, два приблизительно равных по размеру С18:2-трансизомера и четыре (иногда пять) С18:3-трансизомеров.

Для частично гидрогенизованных масел и жиров разделение С18:1 13-транс- и С18:1 9-цисизомеров должно быть заметно на хроматограмме. Это требуется для точного разделения пиков между цис- и трансизомерами (см. приложение В).

18:1 13-трансизомер всегда элюируется с 18:1 14-трансизомером. Поэтому пик для указанных двух изомеров следует идентифицировать как 18:1 (13 + 14)-транс.

10.4 Идентификация пиков

Для (высокотемпературно) очищенных масел и жиров трансизомеры ограничены по количеству, поскольку образуются только пространственные изомеры с двойной(ыми) связью(ями) при одинаковом природном положении. Указанные конкретные изомеры для жирных кислот типа С18 представляют: С18:1 9-транс-, С18:2 9ц 12т и С18:2 9т 12ц и С18:3 – тцт, ццт, цтц и тцц 9,12,15 изомеры (в некоторых образцах обнаружены также в очень небольших количествах С18:2 9т 12т и С18:3 ттц изомеры).

Для частично гидрогенизированных масел и жиров изомеры, содержащие трансдвойные связи, идентифицируют с использованием понятия эквивалентной длины связей (ECL) (см. [5], [6]). Для точной идентификации пиков с использованием данной системы значения эквивалентных длин связей (ECL) должны определяться после соответствующей калибровки с имеющимися стандартами[5)] цис- и трансизомеров жирных кислот (см. приложение С).

Вначале проводят анализ холостого образца (*н*-гептан). При этом в холостом опыте не должно быть обнаружено никаких пиков. Данное испытание повторяют через каждые десять образцов.

Для проверки характеристик метилирования и ГХ анализа на исследуемую партию образцов (т. е. метилирование проводят в одной партии образцов) анализируется по крайней мере один стандартный образец (5.2). Метилированные жирные кислоты стандартного образца вводят после каждого набора из десяти образцов.

---

5) Стандарты изомеров жирных кислот можно приобрести у поставщиков химических реактивов (например, компания Nu-Check Prep Inc., США; компания Sigma, США; компания Larodan, Швеция).

11 Расчеты

11.1 Общие положения

Путем определения скорректированной площади соответствующего пика относительно суммы скорректированных площадей всех пиков рассчитывают относительную массовую долю каждого компонента. Необходимо учитывать поправку чувствительности ПИД для каждого компонента.

Для определения индивидуальных поправочных коэффициентов используют стандарт BCR (см. 5.2).

11.2 Расчет коэффициента чувствительности ПИД

Коэффициент чувствительности ПИД для каждого компонента рассчитывают по уравнению

$$F_x = \frac{M_x}{(n_x - 1)A_C},$$

где F_x – коэффициент чувствительности ПИД компонента x;
M_x – относительная молекулярная масса компонента x;
n_x – количество атомов углерода метилированной жирной кислоты компонента *x*;
A_C – относительная атомная масса углерода (A_C = 12,01).

В данном случае при расчете получают теоретический коэффициент чувствительности.

11.3 Расчет поправочного коэффициента ПИД

Поправочный коэффициент ПИД для каждого компонента рассчитывают по уравнению

$$f_x = \frac{F_x}{F_r},$$

где f_x – поправочный коэффициент для компонента *x*;
F_x – коэффициент чувствительности ПИД для компонента *x*;
F_r – коэффициент чувствительности ПИД для C16:0 (F_r = 1,407).

Коэффициент чувствительности ПИД для C16:0 (F_r = 1,407) рассматривается как эталон (f_x = 1,00). Все остальные коэффициенты чувствительности ПИД, используемые в расчете, были скорректированы относительно этого значения. Например, скорректированная чувствительность для C10:0 становится 1,10 (список коэффициентов ПИД приведен в приложении D).

11.4 Расчет относительной массовой доли

Относительную массовую долю каждого компонента рассчитывают по уравнению

$$w_x = \frac{A_x \times f_x \times 100\,\%}{A_t},$$

где w_x – относительная массовая доля компонента *x*, выраженная в процентах к площади пика;
A_x – площадь пика, соответствующая компоненту *x*, выраженная в единицах площади;
A_t – сумма скорректированных площадей всех пиков, кроме пика растворителя, выраженная в единицах площади;
f_x – поправочный коэффициент для компонента *x*.

11.5 Расчет содержания трансизомеров жирных кислот

11.5.1 Высокотемпературно очищенные масла и жиры

Рассчитывают содержание трансизомеров жирных кислот в (высокотемпературно) очищенных маслах и жирах в виде суммы относительных массовых долей метиловых эфиров C18:1-транс, C18:2-транс и C18:3-транс жирных кислот относительно метиловых эфиров всех жирных кислот. Максимально возможными пиками, которые могут образовываться, являются C18:1-транс (1 пик), C18:2-транс (2 пика) и C18:3-транс (4 пика) (см. рисунки B.4 и B.5).

Результаты представляют с точностью 0,01 % (массовая доля).

11.5.2 Частично гидрогенизированные масла и жиры

Рассчитывают содержание трансизомеров жирных кислот частично гидрогенизированных масел и жиров в виде суммы относительных массовых долей метиловых эфиров всех жирных кислот, содержащих трансдвойные связи относительно метиловых эфиров всех жирных кислот.

Результаты представляют с точностью 0,1 % (массовая доля).

12 Точность

12.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания на точность метода приведены в приложении Е. Значения, полученные из данного межлабораторного испытания, могут быть неприменимы к концентрационным диапазонам и матрицам, кроме указанных.

Примечание – Некоторые частично гидрогенизированные масла могут иметь уровни трансжирных кислот выше диапазона, полученного в межлабораторном испытании.

12.2 Повторяемость

Абсолютная разница между результатами двух независимых отдельных испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном исследуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени не должно превышать значений *r*, приведенных в таблице 2, более чем в 5 % случаев.

12.3 Воспроизводимость

Абсолютная разница между результатами двух отдельных испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном исследуемом материале в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, не должно превышать значений *R*, приведенных в таблице 2, более чем в 5 % случаев.

Таблица 2 – Предел повторяемости (*r*) и предел воспроизводимости (*R*)

Образец	Среднее содержание трансизомеров жирных кислот, % (массовая доля)	*r*, % (массовая доля)	*R*, % (массовая доля)
Подсолнечное масло	0,34	0,08	0,21
Соевое масло	0,78	0,13	0,31
Рапсовое масло	1,09	0,13	0,40

13 Протокол испытаний

В протоколе испытаний указывают:

– информацию, необходимую для полной идентификации продукта;

– способ отбора проб (по возможности);

– используемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;

– все эксплуатационные подробности, не описанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, наряду с описанием любых происшествий, случившихся при использовании метода, которые могли оказать влияние на результаты испытаний;

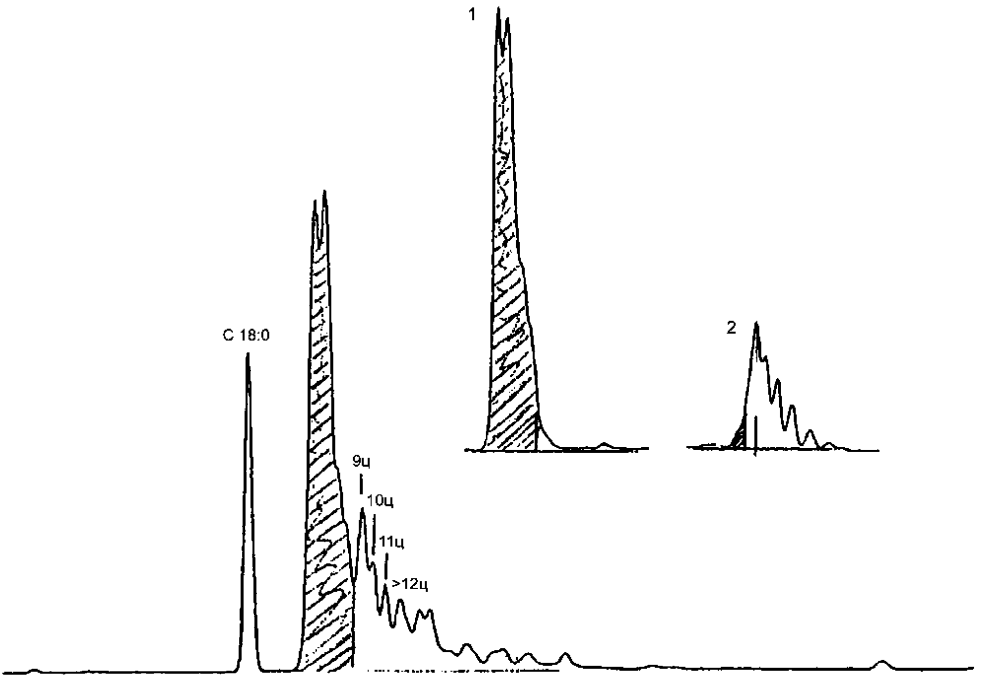
– полученные результаты испытаний;

– соблюдение нормативов контроля повторяемости результатов.

Приложение А
(справочное)

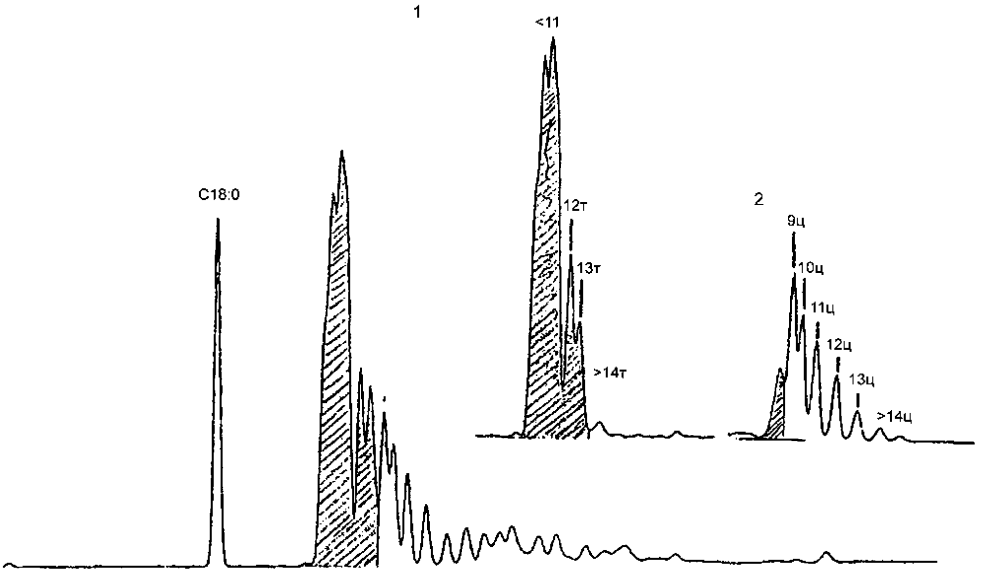
Оптимальные условия

См. рисунки А.1 – А.3.



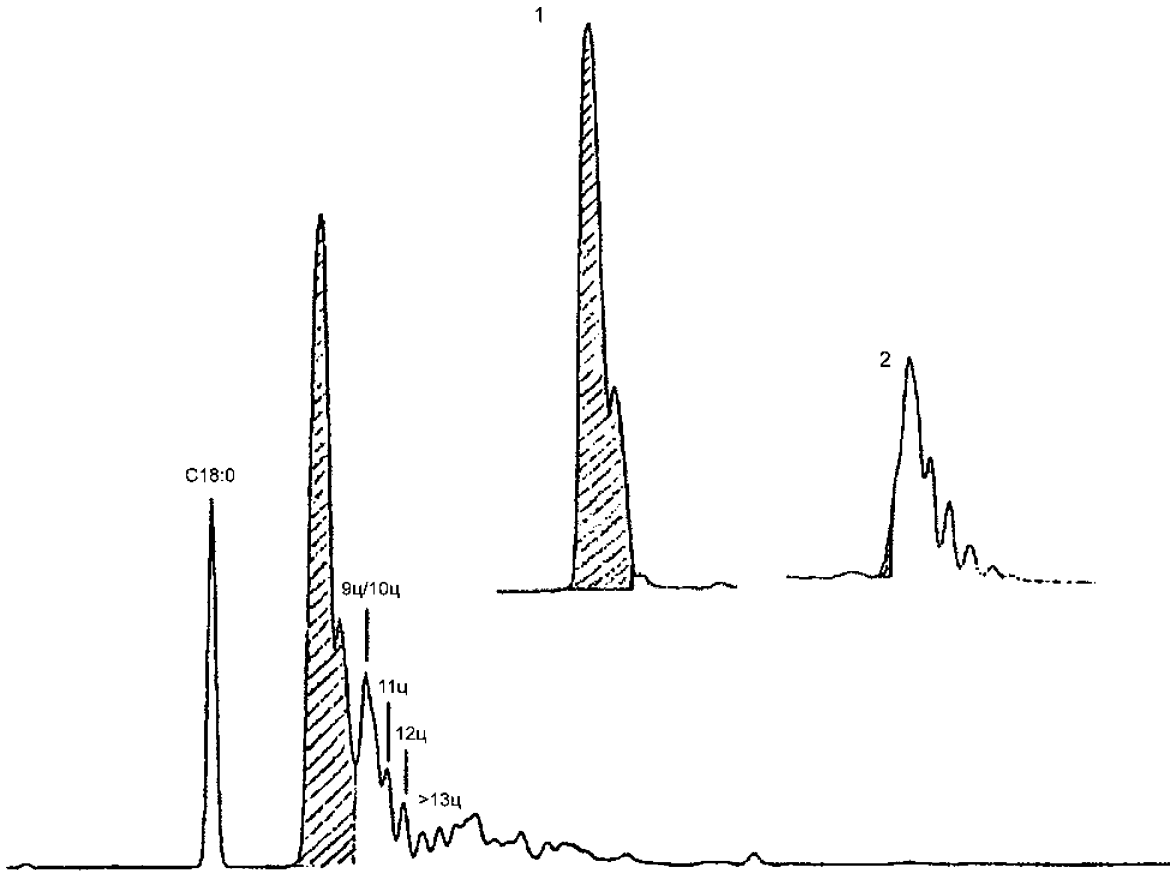
Идентификация пиков:
1 – трансмоноеновая;
2 – цисмоноеновая

Рисунок А.1 – Оптимальные условия для колонки ВРХ-70 при 198 °С, образец ВО35



Идентификация пиков:
1 – трансмоноеновая;
2 – цисмоноеновая

Рисунок А.2 – Оптимальные условия для колонки CP^{TM}-Sil 88 при 175 °C, образец ВО35



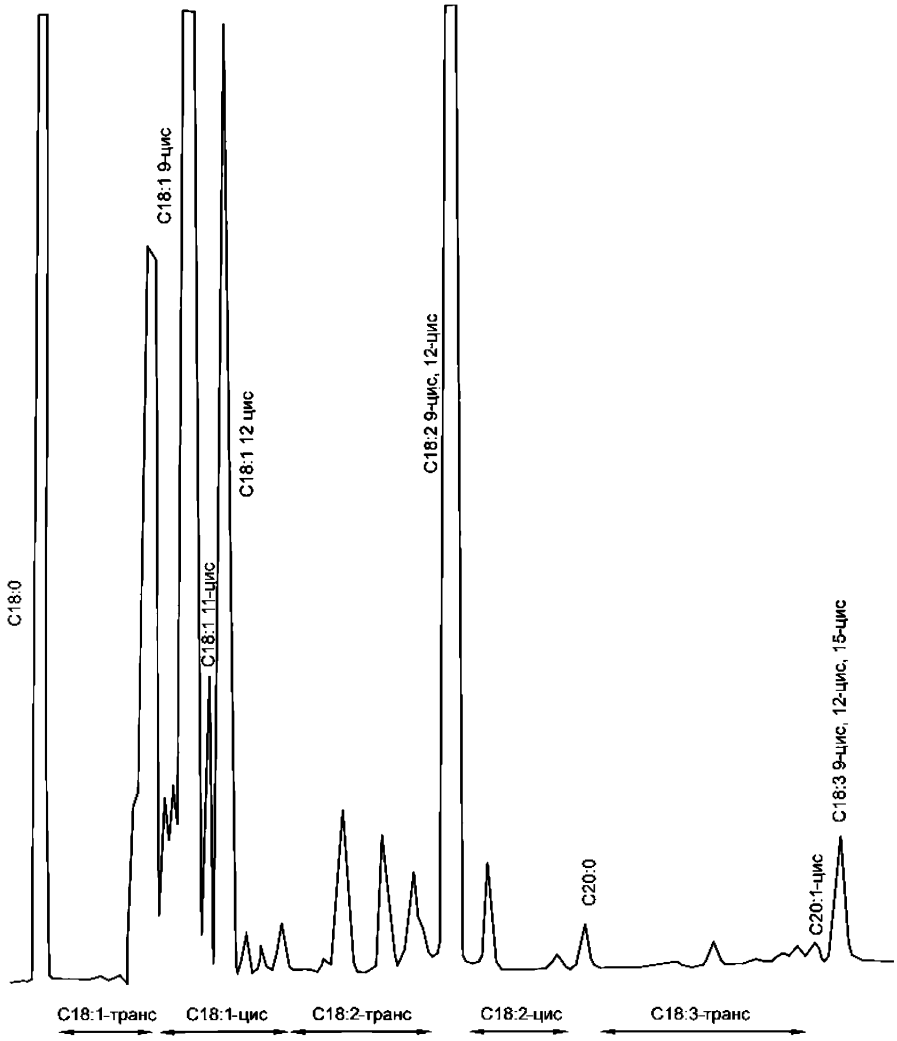
Идентификация пиков:
1 – трансмоноеновая;
2 – цисмоноеновая

Рисунок А.3 – Оптимальные условия для колонки SP-2340 при 192 °С, образец ВО35

Приложение В
(справочное)

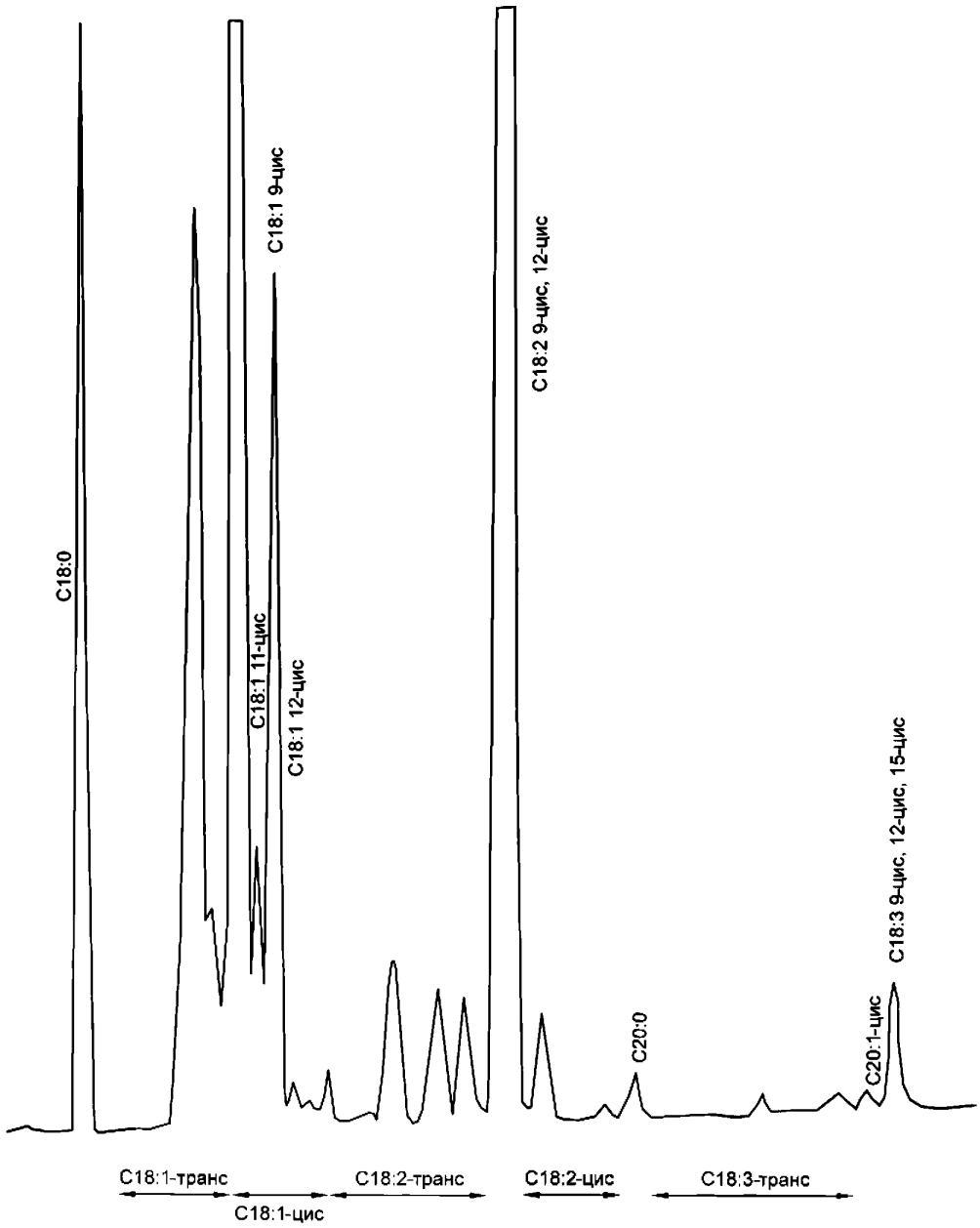
Примеры типичных хроматограмм, полученных в рекомендованных условиях

См. рисунки В.1 – В.5



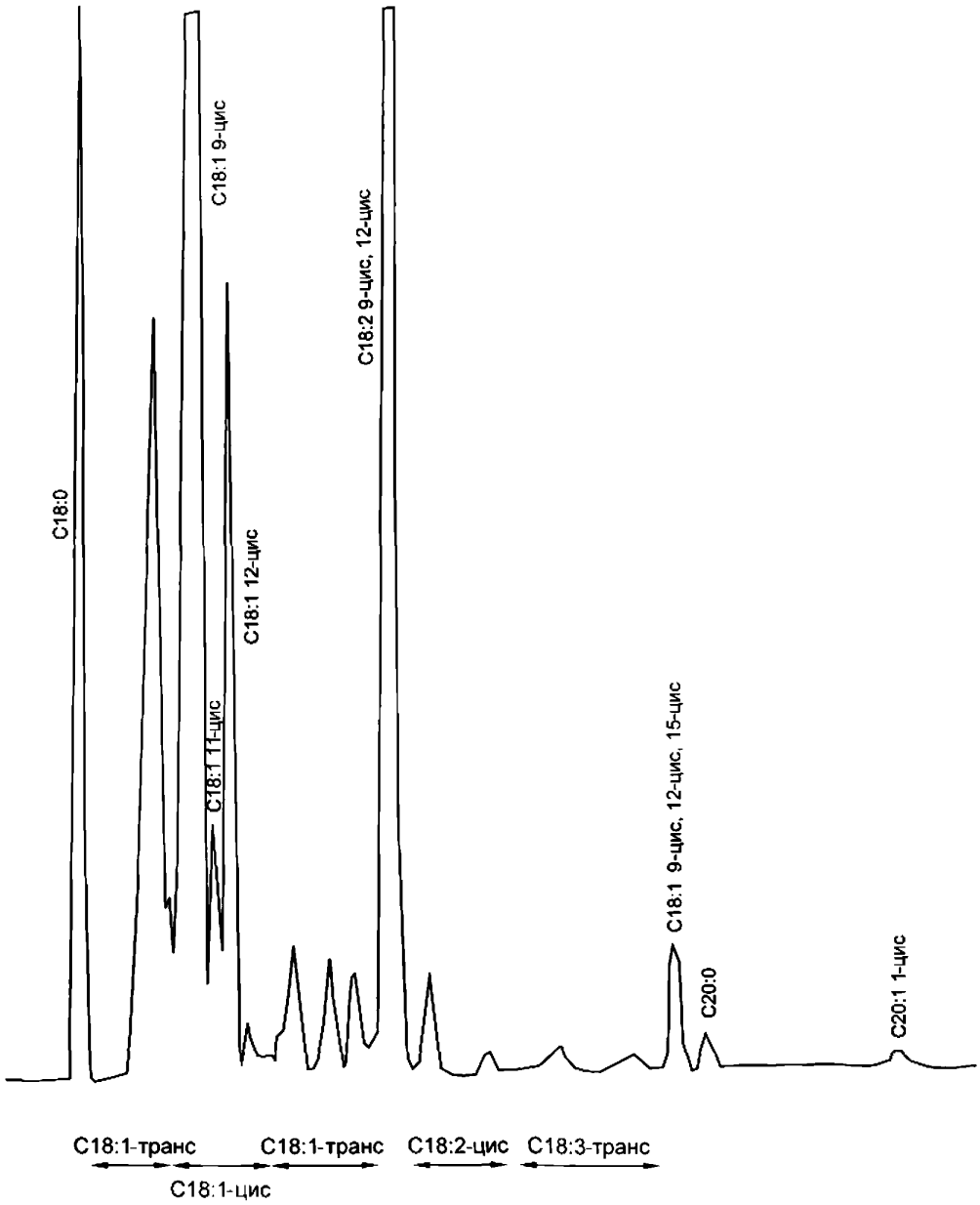
Примечание – Получены с использованием колонки 50 м × 0,25 мм × 0,20 мкм CP™-Sil 88 (Chrompack) при 175 °С. Площади удержания цис- и трансизомеров жирных кислот указаны на хроматограмме.

Рисунок В.1 – Хроматограмма метиловых эфиров образца частично гидрогенизированного соевого масла



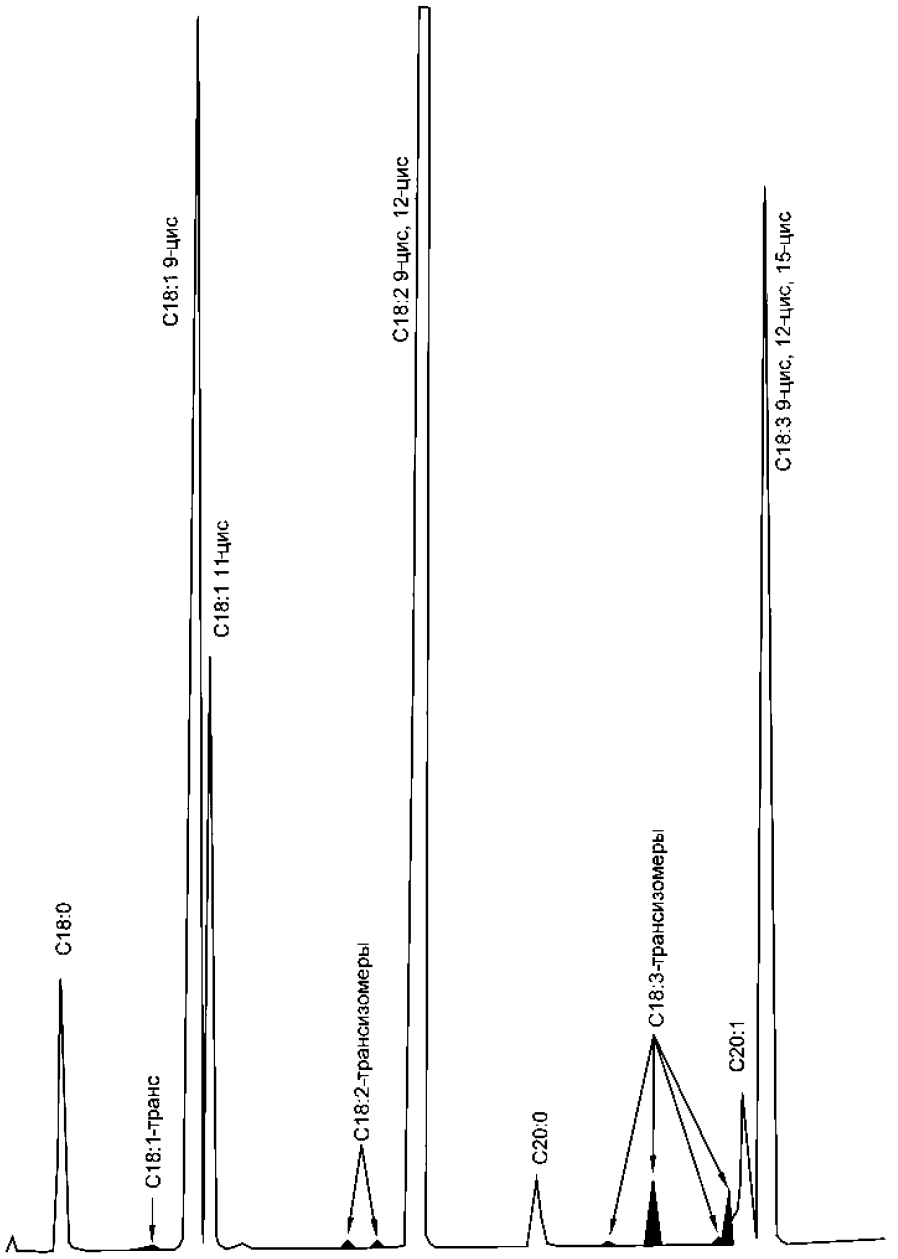
Примечание – Получены с использованием колонки 60 м × 0,25 мм × 0,20 мкм SP-2340 (Supelco) при 190 °C. Площади удержания цис- и трансизомеров жирных кислот указаны на хроматограмме.

Рисунок В.2 – Хроматограмма метиловых эфиров образца частично гидрогенизированного соевого масла



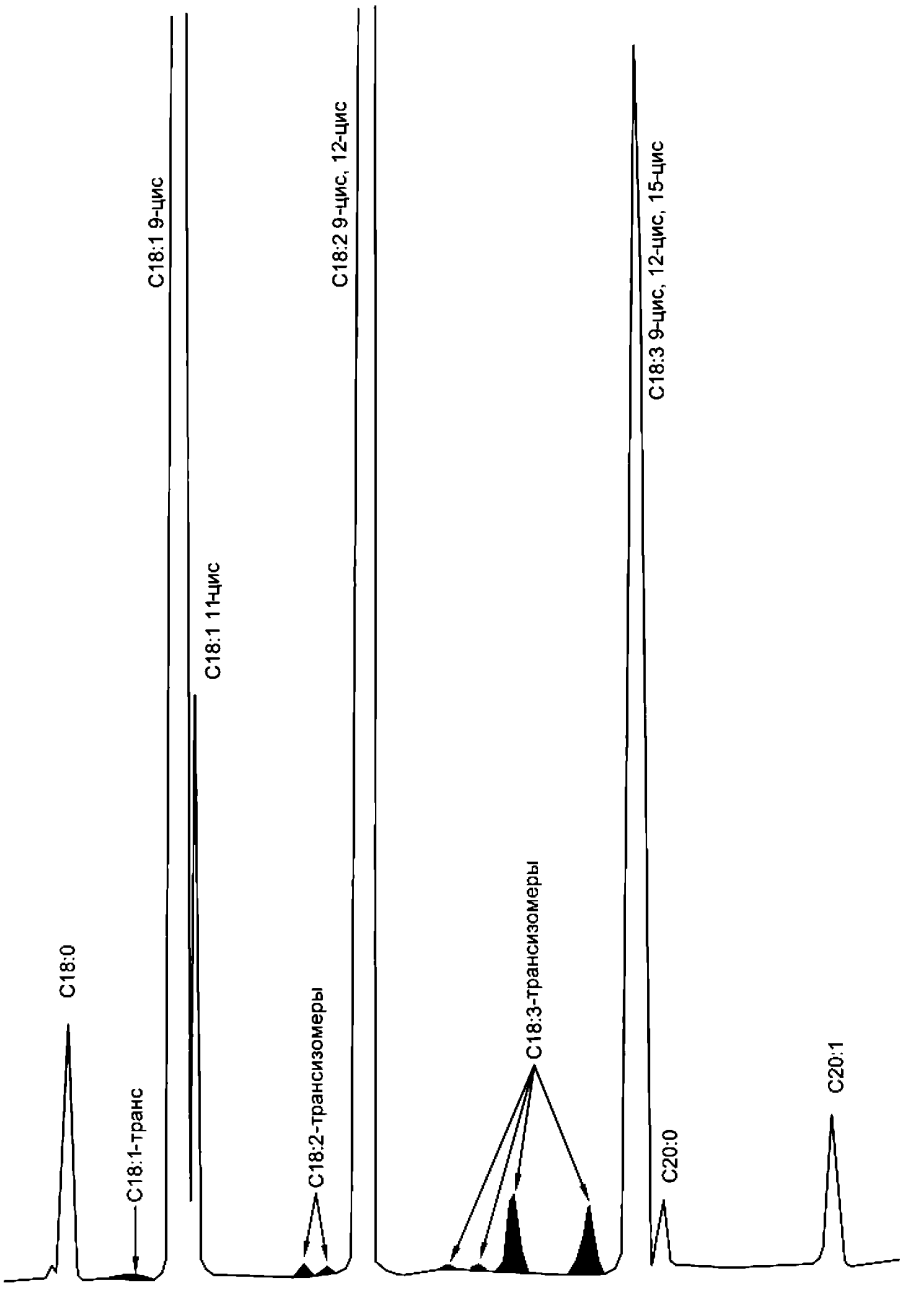
Примечание – Получены с использованием колонки 50 м × 0,22 мм × 0,20 мкм BPX-70 (SGE) при 198 °C. Площади удержания цис- и трансизомеров жирных кислот указаны на хроматограмме.

Рисунок В.3 – Хроматограмма метиловых эфиров образца частично гидрогенизированного соевого масла



Примечание – Получены с использованием колонки 50 м × 0,25 мм × 0,20 мкм CP^{TM}-Sil 88 (Chrompack) при 175 °C. Трансизомеры жирных кислот закрашены.

Рисунок В.4 – Хроматограмма метиловых эфиров образца физически очищенного рапсового масла



Примечание – Получены с использованием колонки 50 м × 0,22 м × 0,25 мкм BPX-70 (SGE) при 198 °C. Трансизомеры жирных кислот закрашены.

Рисунок В.5 – Хроматограмма метиловых эфиров образца высокотемпературно очищенного рапсового масла

Приложение С
(справочное)

Значения эквивалентных длин связей (ECL)

С18 изомер		Стационарная фаза и температура		
		SP-2340 192 °С	CP™-Sil 88 175 °С	BPX-70 198 °С
С18:1	6-цис		18,58	
	7-цис		18,58	
	9-цис	18,68	18,66	18,46
	10-цис			
	11-цис	18,76	18,74	18,53
	12-цис		18,80	
	13-цис		18,87	
	15-цис		19,00	
	6-транс		18,41	
	7-транс		18,42	
	9-транс	18,49	18,46	18,28
	10-транс		18,49	
	11-транс		18,52	
	12-транс		18,57	
	13-транс		18,61	
	15-транс		18,66	
С18:2	9ц 12ц	19,62	19,63	19,14
	9ц 12т	19,40	19,40	18,94
	9т 12ц	19,48	19,49	19,02
	9т 12т	19,26	19,20	18,69
	12ц 15ц		19,92	
С18:3	6ц 9ц 12ц		20,28	
	9т 12т 15т		20,04	
	9т 12ц 15т	20,23	20,26	19,42
	9ц 12ц 15т	20,35	20,36	19,61
	9ц 12т 15ц		20,53	19,51
	9т 12ц 15ц	20,57	20,56	19,82
	9ц 12ц 15ц	20,68	20,67	19,93

Примечание 1 – Определены компанией «Unilever Research Vlaardingen» для самых важных изомеров жирных кислот на трех сильнополярных стационарных фазах и в предложенных оптимальных условиях.
Примечание 2 – Для информации см. [5] и [6].

Приложение D
(справочное)

Коэффициент чувствительности ПИД и поправочный коэффициент ПИД

Метиловый эфир (x) жирной кислоты, углерод №	M_x [a)]	$(n_x - 1)$ [a)]	F_x [a)]	f_x [a)]
4:0	102,13	4	2,126	1,51
6:0	130,19	6	1,807	1,28
8:0	158,24	8	1,647	1,17
9:0	172,27	9	1,594	1,13
10:0	186,30	10	1,551	1,10
11:0	200,32	11	1,516	1,08
12:0	214,35	12	1,487	1,06
13:0	228,37	13	1,463	1,04
14:0	242,40	14	1,442	1,02
15:0	256,42	15	1,423	1,01
16:0	270,46	16	1,407	1,00 (эталон)
17:0	284,49	17	1,393	0,99
18:0	298,52	18	1,381	0,98
19:0	312,52	19	1,370	0,97
20:0	326,57	20	1,360	0,97
21:0	340,57	21	1,350	0,96
22:0	354,62	22	1,342	0,95
23:0	368,62	23	1,334	0,95
24:0	382,68	24	1,328	0,94

a) M_x – относительная молекулярная масса компонента x;
n_x – количество атомов углерода метилированной жирной кислоты компонента x;
F_x – коэффициент чувствительности ПИД для компонента x;
f_x – поправочный коэффициент ПИД для компонента x.

Приложение Е
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Точность метода установлена в 1995 г. путем межлабораторного испытания, проводимого в соответствии с [7] – [9]. В данном испытании участвовало 60 лабораторий. Приняты результаты 38 лабораторий. Шесть образцов исследовались слепым методом на двух образцах подсолнечного, соевого и рапсового масел (см. таблицу Е.1). Отчет по испытанию опубликован (см. [10]).

Примечание – Некоторые частично гидрогенизированные масла могут иметь уровни трансжирных кислот выше диапазона, полученного в межлаборатором испытании.

Таблица Е.1 – Результаты межлабораторного испытания

Величина, характеризующая межлабораторное испытание	Образец		
	подсолнечного масла	соевого масла	рапсового масла
Количество лабораторий, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	38	38	37
Количество наблюдений, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	144	147	143
Среднее содержание трансизомеров жирных кислот, % (по массе)	0,34	0,78	1,09
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), % (по массе)	0,029	0,045	0,047
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	8,64	5,85	4,34
Предел повторяемости (r) $r = 2,8\ s_r$, % (по массе)	0,08	0,13	0,13
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), % (по массе)	0,077	0,109	0,143
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	22,64	14,07	13,14
Предел воспроизводимости (R) $R = 2,8\ s_R$, % (по массе)	0,21	0,31	0,40

В 1999 г. компания «Unilever Research Vlaardingen» совместно с институтом по межлабораторным исследованиям организовали международное межлабораторное испытание для определения трансизомеров жирных кислот в различных типах пищевого масла. В данном межлабораторном исследовании принимали участие 62 лаборатории из 29 стран; 57 лабораторий представили результаты. В соответствии с [8] однородный метод использовался для расчета пределов повторяемости и воспроизводимости. Исследовались шесть образцов по два экземпляра подсолнечного, рапсового и оливкового масел (см. таблицы Е.2 – Е.4).

Таблица Е.2 – Результаты межлабораторного испытания подсолнечного масла

Величина, характеризующая межлабораторное испытание	Подсолнечное масло			
	C18:1-транс	C18:2-транс	C18:3-транс	Общее количество трансизомеров
Количество лабораторий, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	39	51	30	50
Количество наблюдений, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	468	612	360	600
Среднее содержание трансизомеров жирных кислот, % (по массе)	0,029	0,154	0,033	0,205
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), % (по массе)	0,005	0,009	0,007	0,015
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	18,47	5,80	21,65	7,49
Предел повторяемости (r) $r = 2,8\ s_r$, % (по массе)	0,015	0,025	0,020	0,043
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), % (по массе)	0,014	0,030	0,013	0,048
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	46,80	19,25	38,96	23,17
Предел воспроизводимости (R) $R = 2,8\ s_R$, % (по массе)	0,038	0,083	0,036	0,133

Таблица Е.3 – Результаты межлабораторного испытания на рапсового масла

Величина, характеризующая межлабораторное испытание	Рапсовое масло			
	C18:1-транс	C18:2-транс	C18:3-транс	Общее количество транс-изомеров
Количество лабораторий, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	33	48	47	47
Количество наблюдений, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	396	576	564	564
Среднее содержание трансизомеров жирных кислот, % (по массе)	0,032	0,074	0,406	0,521
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), % (по массе)	0,005	0,012	0,015	0,027
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	15,63	15,93	3,69	5,21
Предел повторяемости (r) $r = 2,8\ s_r$, % (по массе)	0,014	0,033	0,042	0,076
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), % (по массе)	0,009	0,020	0,058	0,081
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	29,02	27,03	14,16	15,63
Предел воспроизводимости (R) $R = 2,8\ s_R$, % (по массе)	0,026	0,056	0,161	0,228

Таблица Е.4 – Результаты межлабораторного испытания оливкового масла

Величина, характеризующая межлабораторное испытание	Оливковое масло			
	C18:1-транс	C18:2-транс	C18:3-транс	Общее количество *транс*-изомеров
Количество лабораторий, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	31	36	22	40
Количество наблюдений, оставшихся после исключения резко выделяющихся значений	372	432	264	480
Среднее содержание трансизомеров жирных кислот, % (по массе)	0,023	0,021	0,016	0,055
Стандартное отклонение повторяемости (s_r), % (по массе)	0,005	0,007	0,005	0,012
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	23,29	34,01	29,02	22,08
Предел повторяемости (r) $r = 2,8\ s_r$, % (по массе)	0,015	0,020	0,013	0,034
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R), % (по массе)	0,009	0,011	0,009	0,030
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	40,37	51,02	53,57	54,55
Предел воспроизводимости (R) $R = 2,8\ s_R$, % (по массе)	0,026	0,030	0,030	0,084

Библиография

[1] Международный стандарт
ISO 5555:2001 Animal and vegetable fats and oils. Sampling
(ИСО 5555 Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб)

[2] AOCS Official Method Ce 2-66: Preparation of methyl esters of long-chain fatty acids
(Официальный метод Ce 2-66: Приготовление метиловых эфиров длинноцепочных жирных кислот)

[3] IUPAC 2.301 Preparation of the fatty acid methyl esters
(IUPAC 2.301 Приготовление метиловых эфиров жирных кислот)

[4] Duchateau G.S.M.J.E., van Oosten H.J. and Vasconcellos M.A. Analysis of *cis*- and *trans*-fatty acid isomers with capillary GLC in hydrogenated and refined vegetable oils. J. Am. Oil Chem. Soc., 73, 1996, pp. 275 – 282
(Анализ цис- и трансизомеров жирных кислот капиллярной газожидкостной хроматографией в гидрогенизированных и рафинированных растительных маслах)

[5] Scholfield C. R. Gas chromatographic equivalent chain lengths of fatty acid methyl esters on a Silar 10C glass capillary column. J. Am. Oil Chem. Soc., 58, 1981, pp. 662 – 663
(Газохроматографические эквиваленты длинноцепочных метиловых эфиров жирных кислот на стеклянной капиллярной колонке Silar 10C)

[6] Ratnayake W.M.N. and Pelletier G. Positional and geometrical isomers of linoleic acid in partially hydrogensted oils. J. am. Oil Chem. Soc., 69, 1992, pp. 95 – 105
(Позиционные и пространственные изомеры линолевой кислоты в частично гидрогенизированных маслах)

[7] Международный стандарт
ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results. Part 1. General principles and definitions
(ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)

[8] Международный стандарт
ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results. Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
(ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[9] NEN 6303 Vegetable and animal oil and fats-determination of repeatability and reproducibility of methods of analysis by interlaboratory tests
(Растительное и животное масла и определение жира методами повторения и воспроизведения анализов межлабораторных сличений)

[10] Bruggen P.C. van, Duchateau G.S.M.J.E., Mooren, M.M.W. and Oosten H.J. van. Precision of low trans fatty acid level determination in refined oils: Result of a collaborative capillary gas liquid chromatography study. J. Am. Oil Chem. Soc., 75 (4), 1998, pp. 483 – 488
(Точность уровня определения низких трансизомеров жирной кислоты в рафинированных маслах: результат совместного исследования методом капиллярной жидкостной газовой хроматографии)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии международного стандарта, на который дана ссылка, государственному стандарту, принятому в качестве идентичного государственного стандарта

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 5509:2000 Жиры и масла животные и растительные. Получение метиловых эфиров жирных кислот	IDT	СТБ ИСО 5509-2007 Жиры и масла животные и растительные. Методики получения метиловых эфиров жирных кислот

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 10.08.2007. Подписано в печать 20.09.2007. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,79 Уч.- изд. л. 0,81 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru