

---

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

## 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 спектроскопии)

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<br>спектрометрии . . . . .   | 2  |
| 6 Определение массовой доли изолированных трансизомеров жирных кислот методом газовой<br>хроматографии с использованием капиллярной колонки . . . . . | 6  |
| 7 Определение массовой доли изолированных трансизомеров жирных кислот методом нарушенного<br>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<br>долей трансизомеров 70 % и 2 % . . . . .                     | 13 |
| Приложение Б (справочное) Оптимальные условия газовой хроматографии для хроматографических<br>колонок различных видов . . . . .                       | 14 |
| Приложение В (справочное) Примеры типичных хроматограмм, полученных при рекомендуемых<br>условиях . . . . .   | 16 |
| Приложение Г (справочное) Значения эквивалентных длин цепи . . . . .  | 21 |
| Приложение Д (справочное) Пример ИК-спектров НПВО . . . . .   | 22 |
| Библиография . . . . .  | 23 |

## 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

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<sup>3</sup> 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 спектроскопии

### 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 C-H деформационной двойной связи в трансконфигурации [например, касторовое масло, содержащее рицинолеву кислоту или ее геометрический изомер, ризинзлаидиновую кислоту (12-гидрокси-9-октадеценная 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<sup>-1</sup>.

## 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<sup>-1</sup> с разрешением 4 см<sup>-1</sup>, с системой обработки данных, осуществляющей перевод спектра в поглощение, масштабирование спектров по осям *x* и *y*, считывание спектров с точностью до 1 см<sup>-1</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Срок хранения основных растворов — 3 мес при температуре (5 ± 2) °С.

Далее готовят вспомогательный раствор метилэлаидата массовой концентрацией около 0,002 г/см<sup>3</sup> (точная массовая концентрация должна быть вычислена исходя из массовой концентрации основного раствора). Для этого пипеткой по ГОСТ 29228 вместимостью 5 см<sup>3</sup> переносят 5,00 см<sup>3</sup> основного раствора метилэлаидата в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> в каждую из колб, доводят до метки четыреххлористым углеродом (сероуглеродом), закрывают пробкой и раствор хорошо перемешивают.

Т а б л и ц а 1 — Соотношения компонентов для получения градуировочных растворов трансизомеров массовыми долями 1 %, 4 % и 7 %

| Номинальная массовая доля трансизомеров, % | Вспомогательный раствор метилэлаидата, см <sup>3</sup> | 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<sup>3</sup> переносят пипеткой объемы основного раствора метилэлаидата концентрацией 0,020 г/см<sup>3</sup> и основного раствора метилолеата концентрацией 0,020 г/см<sup>3</sup> в количествах, указанных в таблице 2. Отмеренные объемы должны заполнять колбы точно до метки 10 см<sup>3</sup>.

Т а б л и ц а 2 — Соотношения компонентов для получения градуировочных растворов трансизомеров массовыми долями 10 %, 30 %, 50 % и 70 %

| Номинальная массовая доля трансизомеров, % | Основной раствор метилэлаидата, см <sup>3</sup> | 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V$  — объем вспомогательного (для градуировочной зависимости менее 10 % трансизомеров) и основного (для градуировочной зависимости 10 % и более трансизомеров) растворов, см<sup>3</sup>.

Каждый градуировочный раствор (см. 5.3.2.2 и 5.3.2.3) анализируют, определяют высоту пика поглощения трансизомеров в области 966 см<sup>-1</sup>—968 см<sup>-1</sup> 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<sup>-1</sup> для градуировочных растворов трансизомеров массовой долей 1 %, 4 %, 7 % и 10 % (ось  $y$ ) — масса метилэлаидата в граммах в 10 см<sup>3</sup> 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:

$$\left| \frac{m_0 - m_{\text{МЭ}}}{m_{\text{МЭ}}} \right| 100 \leq K, \quad (2)$$

где  $m_0$  — масса трансизомеров в градуировочном растворе в пересчете на метилэлаидат г;  
 $m_{\text{МЭ}}$  — 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<sup>3</sup> 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<sup>-1</sup>, охватывающего спектральный диапазон 900 ± 1050 см<sup>-1</sup>. 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<sup>-1</sup> (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<sup>-1</sup> (см. рисунок А.1).

5.5.2 Вычисляют скорректированное по базовой линии поглощение  $A_c$  по формуле

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

где  $A_p$  — поглощение пика 966—968 см<sup>-1</sup>;

$A_b$  — 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  $\text{см}^{-1}$ , ед. оптической плотности;

$a$  — отрезок, отсекаемый продолжением градуировочной прямой на оси  $y$ , 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

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

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

$m_i$  — 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  $\delta$ , при  $P = 0,95$ :

$\pm 30$  % для трансизомеров массовой долей до 10 % включительно;

$\pm 15$  % 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 метода 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<sup>3</sup> 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.

**П р и м е ч а н и е** — 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 испытываемой пробы.

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

Т а б л и ц а 3 — Рекомендуемые условия газовой хроматографии для колонок длиной менее 100 м

| Обозначение параметра                                | Рекомендуемые оптимальные условия |              |              |
|--|-----------------------------------|--------------|--------------|
|  | SP-2340                           | CP™-Sil 88   | BPX-70       |
| 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           |

Т а б л и ц а 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<br>со скоростью<br>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           |

П р и м е ч а н и е — 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<sup>3</sup> раствора метиловых эфиров (массовой концентрацией приблизительно 7 мг/см<sup>3</sup> 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 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.

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<sup>3</sup> 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  $\omega_x$ , %, вычисляют по формуле

$$\omega_x = \frac{A_x \cdot 100}{A_T}, \quad (6)$$

где  $A_x$  — площадь пика, соответствующего компоненту  $x$ , мм<sup>2</sup>;

$A_T$  — сумма площадей всех пиков, исключая пик растворителя, мм<sup>2</sup>.

### 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), С18:2 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  $\delta$ , 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 рицинолеву кислоту или ее геометрический изомер, рицинзлаидиновую кислоту (12-гидроксидецинолеву кислоту)],

- 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<sup>-1</sup>.

## 7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

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

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<sup>-1</sup> отношение сигнал-шум в диапазоне 900—1050 см<sup>-1</sup> 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<sup>-1</sup> в диапазоне 900—1050 см<sup>-1</sup>, 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<sup>3</sup>. Масло растительное, рафинированное отбеленное.

## 7.3 Подготовка к измерению

### 7.3.1 Приготовление градуировочных смесей

В стаканчиках по ГОСТ 25336 вместимостью 10 см<sup>3</sup> 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<sup>-1</sup>, 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<sup>-1</sup> (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<sup>-1</sup>, 64 скана (или другое число сканов, требуемое для достижения отношения сигнал-шум в этом диапазоне не более 0,0005 единицы поглощения), разрешение 4 см<sup>-1</sup>. 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<sup>-1</sup> в пределах спектрального диапазона 945—990 см<sup>-1</sup>.

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

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

где  $S$  — площадь под пиком полосы в области 966 см<sup>-1</sup>—968 см<sup>-1</sup> в диапазоне 943—990 см<sup>-1</sup>, см<sup>2</sup>;

$a$  — отрезок, отсекаемый продолжением градуировочной прямой на оси  $y$ , см<sup>2</sup>;

$b$  — тангенс угла наклона градуировочной прямой, см<sup>2</sup>/%.

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 $\delta$ , 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 допустимая концентрация (ПДК) паров четыреххлористого углерода в воздухе рабочей зоны составляет 20 мг/м<sup>3</sup>.

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 легко воспламеняющееся 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.

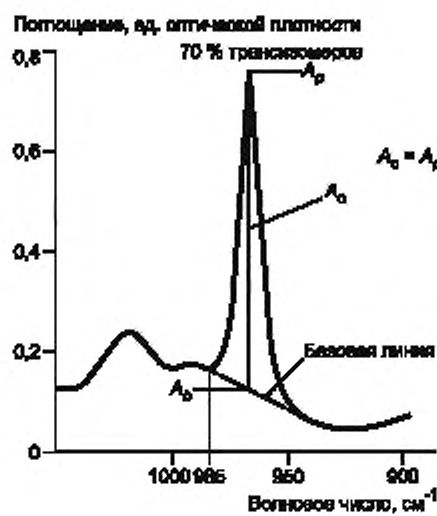
Приложение А  
(справочное)Инфракрасный спектр метиловых эфиров жирных кислот  
массовой долей трансизомеров 70 % и 2 %

Рисунок А.1

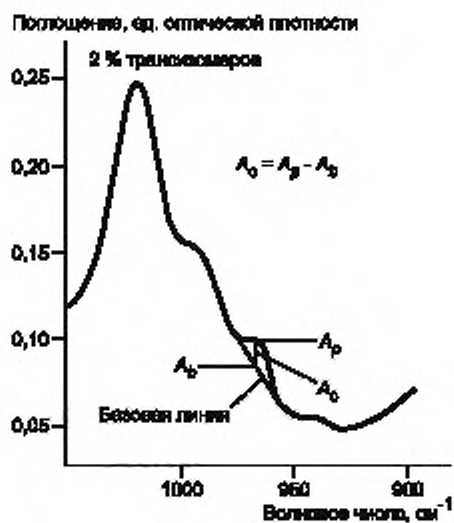
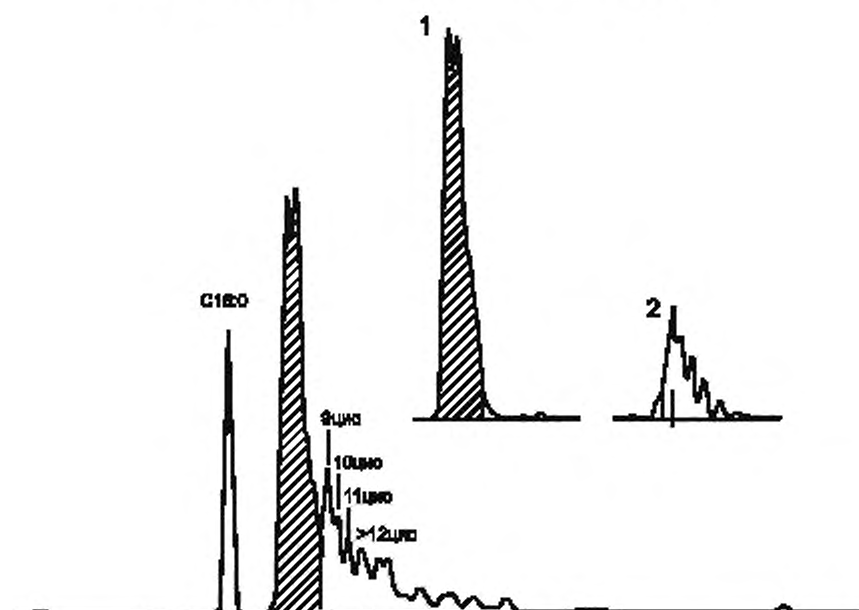
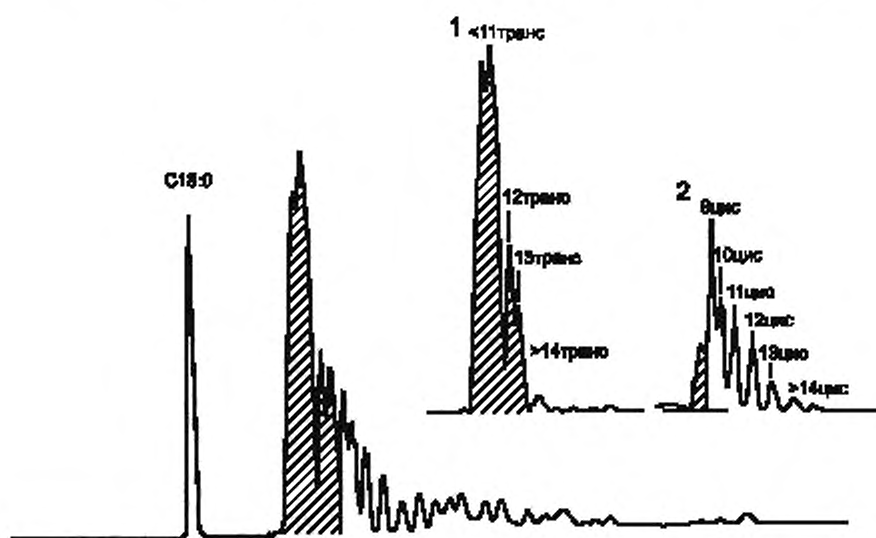


Рисунок А.2

Оптимальные условия газовой хроматографии  
для хроматографических колонок различных видов

Идентификация пиков: 1— трансмононенасыщенные; 2 — цисмононенасыщенные

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



Идентификация пиков: 1— трансмононенасыщенные; 2 — цисмононенасыщенные

Рисунок Б.2 — Оптимальные условия для колонки типа CP™-Si1 88 при 175 °С (изотерма)

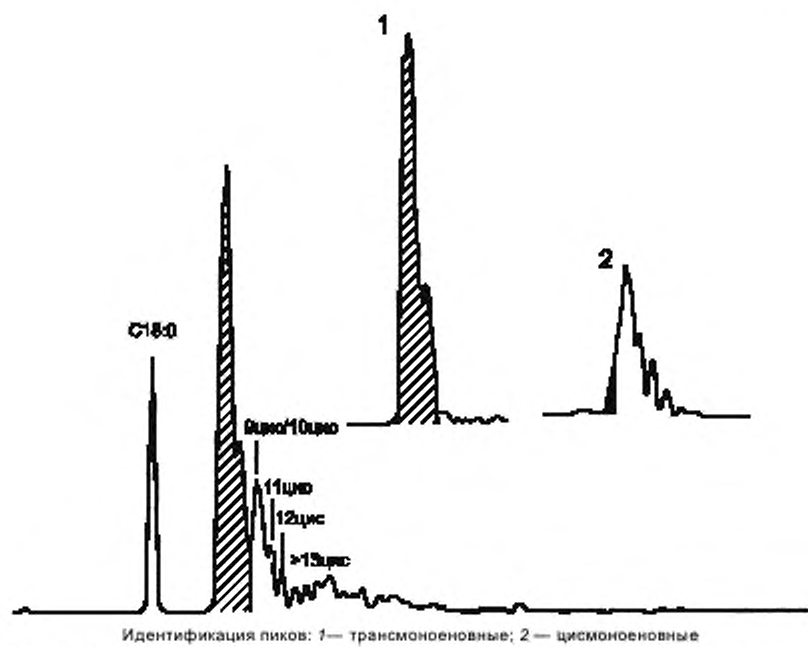
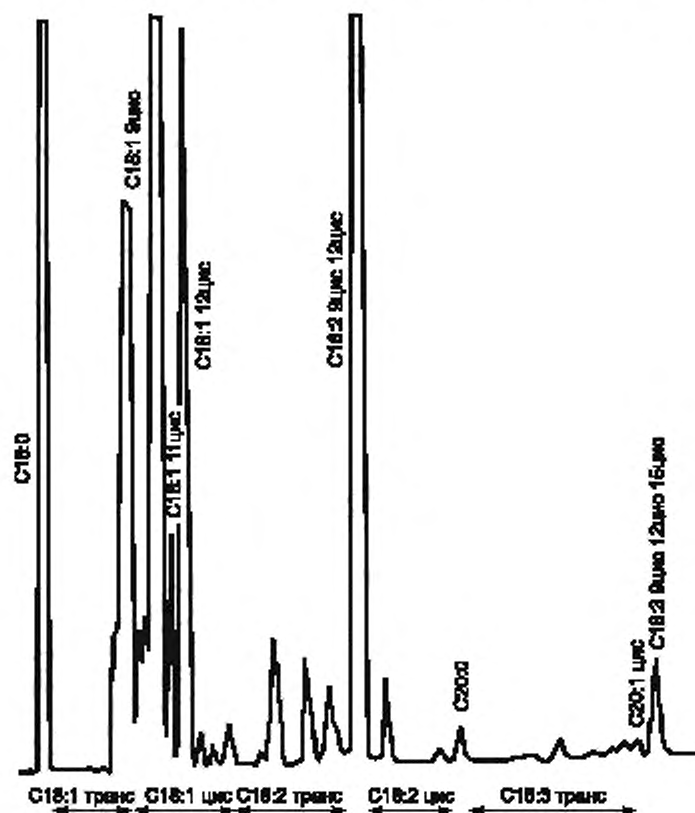


Рисунок Б.3 — Оптимальные условия для колонки типа SP-2340 при 192 °С (изотерма)

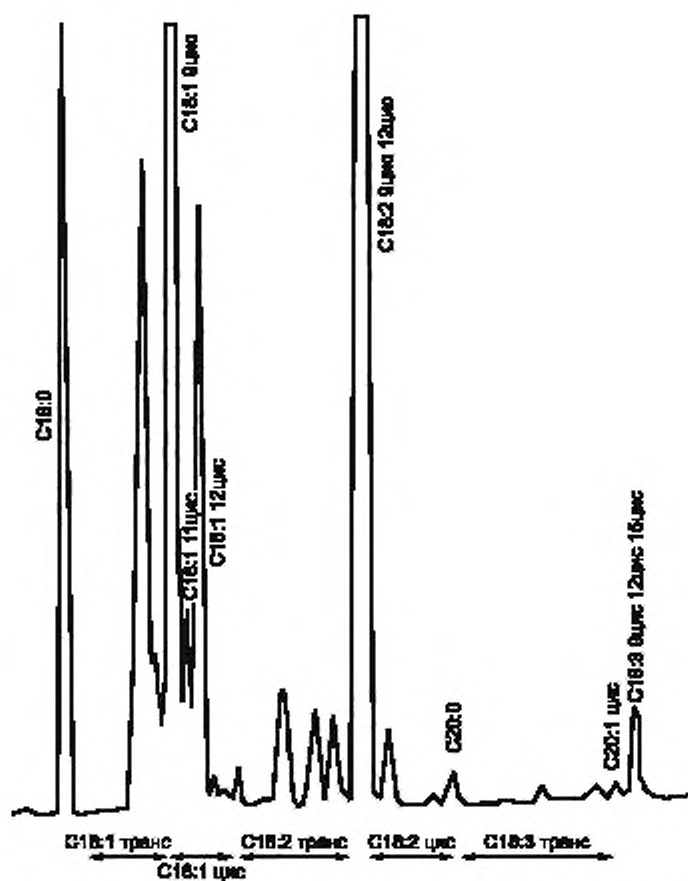
Примеры типичных хроматограмм, полученных при рекомендуемых условиях



П р и м е ч а н и е — Получено на колонке типа CP™-Sil 88 (Chrompack) 50 м × 0,25 мм × 0,20 мкм при температуре 175 °С (изотерма). На хроматограмме показаны области цис- и транс-изомеров жирных кислот

а

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

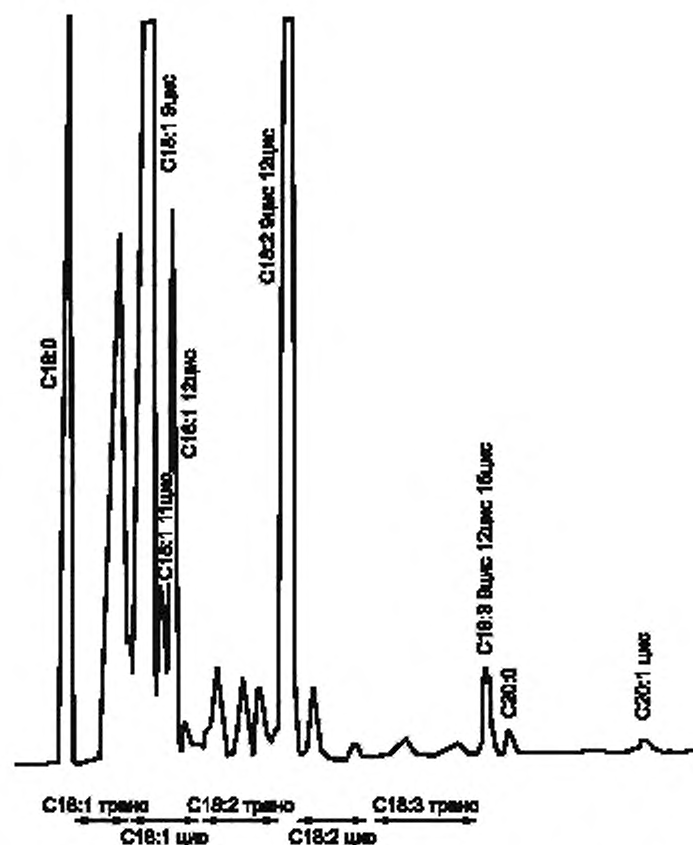


Примечание — Получено на колонке типа SP-2340 (Supelco) 60 м × 0,25 м × 0,20 мкм ghb ntvgtfneht 190 °С (изотерма). На хроматограмме показаны области цис- и трансизомеров жирных кислот.

б

Рисунок В.1, лист 2

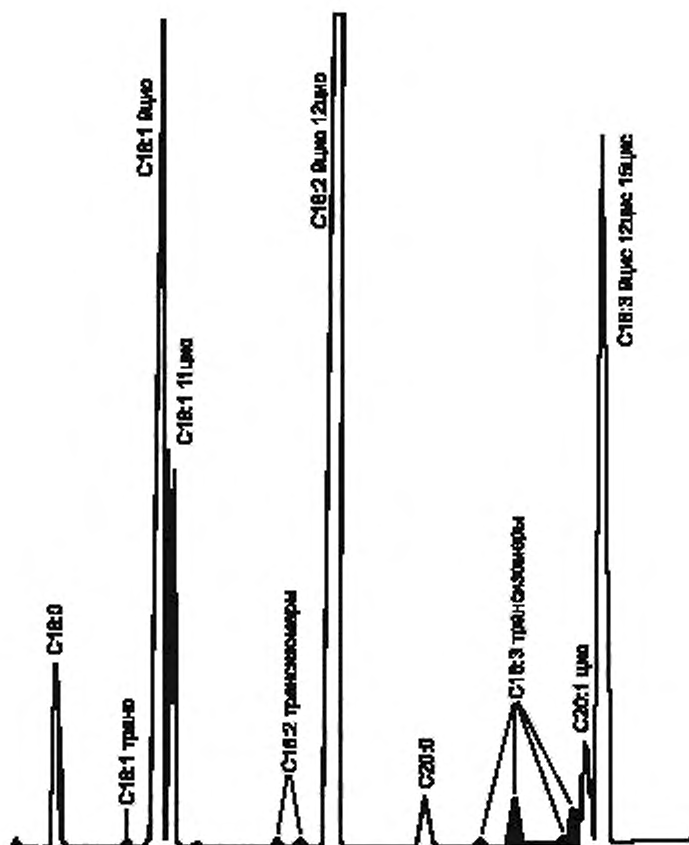




Примечание — Получено на колонке типа ВРХ-70 (SGE) 50 м × 0,22 м × 0,25 мкм при температуре 198 °С (изотерма). На хроматограмме показаны области цис- и транс-изомеров жирных кислот.

е

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 — Хромотограмма метиловых эфиров рапсового масла после физической рафинации

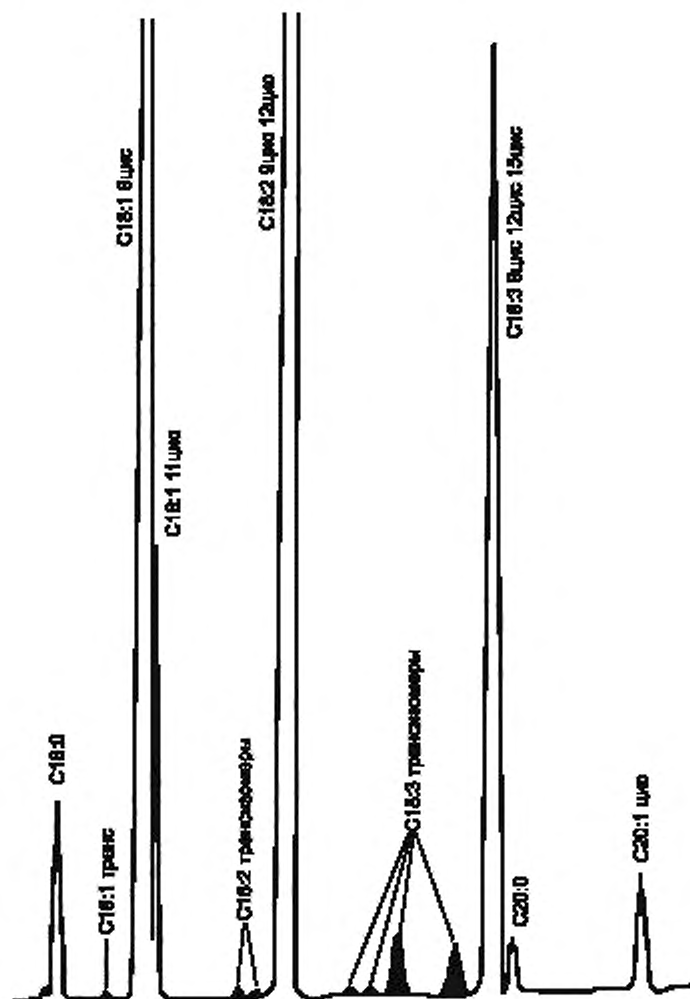


Рисунок В.3 — Хроматограмма метиловых эфиров рапсового масла после рафинации при высокой температуре

**Приложение Г**  
**(справочное)**

**Значения эквивалентных длин цепи**

Таблица Г.1

| Изомеры С18 |                       | Значения эквивалентных длин цепи при указанных неподвижной фазе и температуре |                   |                |
|-------------|-----------------------|---|-------------------|----------------|
|             |                       | ВРХ-70 198 °С   | СР™-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          |

П р и м е ч а н и е — 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

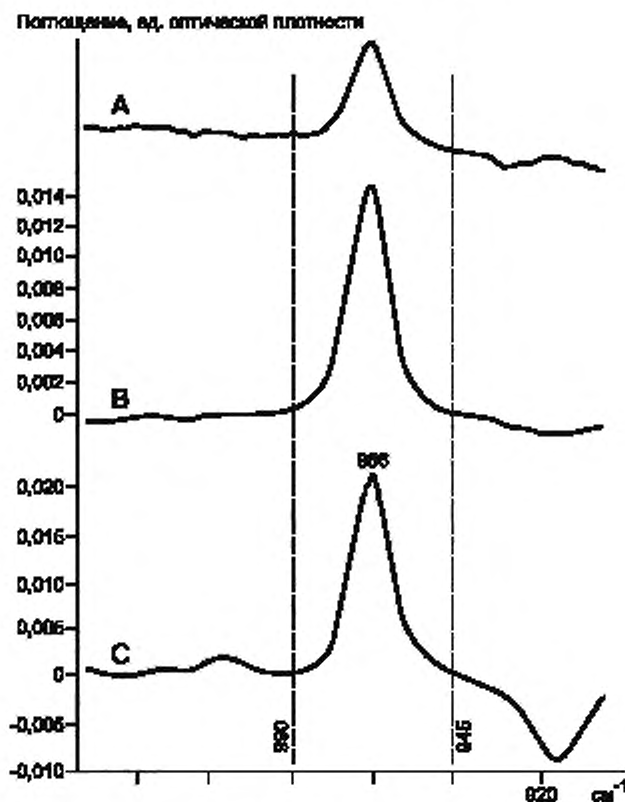


Рисунок Д.1

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

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

В — 10 %-ной градуировочной смеси;

С — анализируемого образца, состоящего из смеси растительных масел и частично гидрогенизированного олевого 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



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<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 3,26.  
Уч.-изд. л. 2,70. Тираж 133 экз. Зак. 2300.