
**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
содержания твердого жира методом
импульсного ядерного магнитного
резонанса**

**Часть 2.
Косвенный метод**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of solid fat content by
pulsed NMR —*

Part 2: Indirect method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a9c40d4-4e1c-44e4-bbbd-00a10044effa/iso-8292-2-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава



Ссылочный номер
ISO 8292-2:2008(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8292-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a9c40d4-4e1c-44e4-bbbd-00a10044effa/iso-8292-2-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Обозначения и сокращенные термины.....	2
5 Сущность метода.....	2
6 Стандартный образец триолеин	2
7 Оборудование	2
7.1 Спектрометр импульсного ядерного магнитного резонанса, низкое разрешение	2
7.2 Измерительные пробирки	3
7.3 Оборудование для поддержания температуры	3
7.4 Термостат, с вентилятором	4
7.5 Таймер	4
8 Отбор проб.....	4
9 Процедура	4
9.1 Протокол измерения и проба для испытания	4
9.2 Термостат, водяные бани и термостатированные блоки	4
9.3 Спектрометр NMR	4
9.4 Заполнение измерительных пробирок	5
9.5 Исключение тепловой предыстории.....	7
9.6 Уравновешивание при начальной температуре и измерение сигнала от 100 %-ной жидкой фазы	7
9.7 Кристаллизация и темперирование.....	7
9.8 Измерение SFC.....	7
9.9 Количество определений.....	8
9.10 Очистка измерительных пробирок.....	8
10 Выражение результатов	8
11 Прецизионность.....	9
11.1 Межлабораторное испытание.....	9
11.2 Повторяемость	9
11.3 Воспроизводимость	9
12 Протокол испытания.....	9
Приложение А (информативное) Результаты межлабораторных испытаний.....	11
Приложение В (информативное) Теория косвенного метода	14
Приложение С (информативное) Дополнительные протоколы измерения.....	16
Библиография.....	18

Предисловие

Международная организация по стандартизации ISO является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO осуществляет тесное сотрудничество с международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Обращается внимание на возможность патентования некоторых элементов данного международного стандарта. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав.

ISO 8292-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Жиры и масла животные и растительные*.

Эта часть ISO 8292 вместе с ISO 8292-1 отменяет и заменяет ISO 8292:1991.

ISO 8292 состоит из следующих частей под общим заглавием *Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания твердого жира методом импульсного ядерного магнитного резонанса*:

- *Часть 1. Прямой метод*
- *Часть 2. Косвенный метод*

Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания твердого жира методом импульсного ядерного магнитного резонанса.

Часть 2.

Косвенный метод

1 Область применения

Настоящая часть ISO 8292 устанавливает прямой метод для определения содержания твердого жира в животных и растительных жирах (которые далее обозначаются как "жиры") с использованием спектроскопии импульсного ядерного магнитного резонанса (NMR) с низким разрешением

Устанавливаются две альтернативные термические предварительные обработки: одна для жиров общего назначения, которые не проявляют заметного полиморфизма и стабилизируются главным образом в β' -полиморфе; и вторая для жиров, аналогичных кокосовому маслу какао, которые проявляют заметный полиморфизм и стабилизируются в β -полиморфе. Дополнительные термические предварительные обработки, которые больше соответствуют для конкретных целей, приведены в информативном приложении.

Косвенный метод труднее для выполнения и менее воспроизводимый, чем прямой метод, но он более точен и более универсален для применения ко всем жирам.

ПРИМЕЧАНИЕ Прямой метод установлен в ISO 8292-1.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 661, *Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания*

ISO 3960, *Жиры и масла животные и растительные. Определение пероксидного числа. Йодометрическое (визуальное) определение по конечной точке*

ISO 8292-1, *Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания твердого жира методом импульсного магнитного резонанса. Часть 1. Прямой метод*

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используются термины и определения, данные в ISO 8292-1.

4 Обозначения и сокращенные термины

f	коэффициент преобразования (экстраполяции) для корректировки сигнала NMR, регистрируемого при 11 мкс, относительно сигнала начала отсчета
n_p	число импульсов
S_1	сигнал спада намагниченности, измеренный при 11 мкс
S_2	сигнал спада намагниченности, измеренный при 70 мкс
SFC	содержание твердого жира
S_L	сигнал спада намагниченности, соответствующий жидкой фазе
S_S	сигнал спада намагниченности, соответствующий твердой фазе
S_{S+L}	сигналы спада намагниченности, соответствующие твердой и жидкой фазам вместе
t_{rep}	время повтора
$w_{SFC,i}$	“истинное” SFC (измеренное согласно этой части ISO 8292)
$w_{SFC,T}$	SFC при температуре измерения, T

5 Сущность метода

Пробу темперируют до стабильного состояния при заданной температуре и затем нагревают до температуры измерения и стабилизируют при этой температуре. Если не установлено иное, температуры измерения могут быть любые из следующих или все: 0 °C; 5 °C; 10 °C; 15 °C; 20 °C; 25 °C; 27,5 °C; 30 °C; 32,5 °C; 35 °C; 37,5 °C; 40 °C; 45 °C; 50 °C; 55 °C; 60 °C.

После достижения электромагнитного равновесия в статическом магнитном поле NMR спектрометра и воздействия 90°-го радиочастотного импульса измеряется сигнал затухания намагниченности от протонов только в жидкой фазе, а твердый жир рассчитывают путем сравнения со стандартным образцом, состоящим полностью из жидкого жира. При условии что измерения жидкого жира сделаны в начале определения SFC, результаты могут быть представлены непосредственно, как в прямом методе.

6 Стандартный образец триолеин

Стандартный образец жидкого жира должен содержать как минимум 99 % массовой доли триолеина. Пероксидное число, определенное по ISO 3960, должно быть меньше 5. Запасы триолеина следует хранить при температуре ниже 0 °C. Эталонные пробирки, содержащие триолеин, держат в холодильнике при 0 °C до 8 °C, когда не используют, и заменяют каждые 2 недели.

7 Оборудование

7.1 Спектрометр импульсного ядерного магнитного резонанса, низкое разрешение

Спектрометр NMR должен иметь:

- магнит с достаточно однородным полем, обеспечивающим полупериод намагниченности стандартного образца жидкого жира не менее 1 000 мкс;
- автоматическое измерительное устройство, действующие сразу же, как только вставлены измерительные пробирки (7.2);
- регулируемое время повтора измерения;

- d) измерительную ячейку/головку размером 10 мм для измерительных пробирок с регулированием температуры при 40 °С.

Желательно, чтобы прибор был оснащен компьютером для проведения измерений в автоматическом режиме, выполнения требуемых вычислений и представления результатов непосредственно на экран компьютера или другой дисплей.

7.2 Измерительные пробирки

Стеклянные с пластмассовыми пробками, с наружным диаметром ($10 \pm 0,25$) мм, толщиной стенки ($0,9 \pm 0,25$) мм и длиной не менее 150 мм или как установлено изготовителем NMR спектрометра.

7.3 Оборудование для поддержания температуры

7.3.1 Общее положение

В принципе, термостатированные блоки имеют то преимущество перед водяными банями, что при их применении пробирки никогда не будут контактировать с водой. На практике, как например с алюминиевыми блоками в водяных банях, пробиркам может потребоваться много времени для достижения установленной температуры. Теплопередачу можно улучшить, если продувать пробирки сухим газом. Блоки также труднее поддаются точному регулированию, чем водяные бани, хотя современные электронные регуляторы могут обеспечить требуемую точность.

7.3.2 Водяные бани

Бани необходимы при температурах ($0 \pm 0,1$) °С, ($60 \pm 0,1$) °С и при температурах измерения и термостатирования, с точностью до $\pm 0,1$ °С, требуемых согласно выбранному протоколу измерения. Бани при температуре измерения 60 °С и при температуре термостатирования можно заменять термостатированными блоками (7.3.3). Каждая водяная баня должна быть оснащена или одним алюминиевым блоком (7.3.2.1) или одним металлическим штативом (7.3.2.2) для размещения измерительных пробирок (7.2.1), погружаемых в воду на глубину 60 мм.

Металлические штативы предпочтительнее алюминиевых блоков, особенно когда измеряется большое количество испытательных проб с высоким SFC или когда используются протоколы быстрых или сверхбыстрых измерений. При использовании алюминиевых блоков может быть значительное запаздывание во времени после помещения пробирки, прежде чем жир в пробирке достигнет установленной температуры водяной бани. Кажущееся преимущество блоков состоит в том, что пробирки могут оставаться сухими и их не нужно вытирать бумажной салфеткой перед помещением в спектрометр. Однако как оказывается на практике, из-за разбрызгивания или конденсации пробирки всегда становятся влажными, так что сушка всегда рекомендуется, см. Раздел 9.

7.3.2.1 Алюминиевые блоки, с отверстиями диаметром ($10,35 \pm 0,1$) мм и глубиной 70 мм. Толщина металла под отверстием и расстояние между краем периферийного отверстия и ближайшей боковой гранью должно быть 10 мм. Расстояние между осями двух смежных отверстий должно быть не меньше 17 мм (между центрами).

7.3.2.2 Металлические штативы, без боковой стенки, с отверстиями диаметром от 11 мм до 15 мм; расстояние между осями двух смежных отверстий должно быть не менее 20 мм (между центрами).

7.3.3 Термостатированные блоки, с отверстиями

Блоки с электронным регулированием должны поддерживаться при установленной температуре в пределах $\pm 0,1$ °С. Эти блоки можно использовать вместо водяных бань (кроме бани при 0 °С из-за требования большого охлаждения). Диаметр отверстий должен быть ($10,35 \pm 0,1$) мм.

Блоки особенно полезны при температурах 35 °C или больше, когда охлаждение не требуется (при предположении комнатной температуры ниже 22 °C) и когда регулирование температуры меньше критической по причине обычно низких абсолютных уровней твердого жира.

7.4 Термостат, с вентилятором

Термостат должен поддерживаться при (80 ± 2) °C.

Поскольку цель состоит в том, чтобы при температуре 80 °C испытательный образец был расплавлен и разрушена его тепловая предыстория, эта температура должна быть по крайней мере на 20 °C выше температуры плавления жира. Если это не так, тогда температура в термостате должна быть соответственно повышена, и этот факт записывается в отчете об испытании (Раздел 12). Необходимость в этом бывает редкой, так как рассматриваемые жиры содержат большие количества длинноцепных насыщенных жирных кислот, например полностью гидрогенизированные растительные масла.

Хотя водяную баню (7.3.2) или термостатированный блок (7.3.3) можно использовать для температуры 80 °C, предпочтительнее будет термостат. В блоке или бане почти неизбежно, что при заполнении пробирок жир будет контактировать с боковыми стенками при температуре выше температуры погружения. Термостат обеспечивает полное расплавление всего жира в пробирке, так что не остается никаких затравочных кристаллов с неизвестной тепловой предысторией, которые могли бы вызвать кристаллизацию в расплавленном жире, когда он, в конце концов, будет перемещен в условия при 0 °C. Таким образом, термостат, может дать более надежные и воспроизводимые результаты.

7.5 Таймер

Предпочтительными являются аналоговые часы с большой секундной стрелкой, хотя можно использовать и цифровые часы.

8 Отбор проб

ISO 8292-2:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a9c40d4-4e1c-44e4-bbbd-00a10044effa/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a9c40d4-4e1c-44e4-bbbd-00a10044effa/iso-8292-2-2008)

В лабораторию должна быть отправлена репрезентативная проба. В ней не должно быть никаких повреждений или изменений в результате транспортировки или хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в этой части ISO 8292. Рекомендованный метод отбора проб дан в ISO 5555.

9 Процедура

9.1 Протокол измерения и проба для испытания

Выбирают нужный протокол из Таблицы 1 согласно типу пробы и другим требованиям. Для некоторых типов или применений жиров протоколы, приведенные в Таблице 1, не подходят. Протоколы измерения, представленные в Приложении С, могут быть более пригодными.

Пробу для испытаний готовят согласно ISO 661.

9.2 Термостат, водяные бани и термостатированные блоки

Это оборудование устанавливают на требуемые температуры согласно протоколу.

9.3 Спектрометр NMR

Устанавливают режим для спектрометра согласно протоколу измерения, выбранному в 9.1.

9.4 Заполнение измерительных пробирок

От каждой испытательной пробы заполняют две измерительные пробирки. Дополнительно заполняют две пробирки стандартным образцом триолеина (Раздел 6). Косвенный метод имеет более низкую повторяемость, чем прямой, поэтому рекомендуется использовать две пробирки, чтобы получить аналогичную повторяемость для двух методов.

Наполняют пробирки на глубину 10 мм или как установлено изготовителем прибора.

ПРИМЕЧАНИЕ Заполнение пробирок только на глубину 10 мм для косвенного метода, рекомендованное изготовителем прибора, потребует также другую вставку, чтобы поднять пробирку таким образом, чтобы весь образец находился внутри обмотки приемного устройства NMR спектрометра. На практике, если все пробирки заполняются на одну и ту же высоту, будет обнаружено, что результаты мало различаются, если пробирки заполнены таким же образом, как для прямого метода, т. е. на глубину от 30 мм до 50 мм, и используются с такой же вставкой.

Пробирки закрывают пробками и помещают в вертикальном положении в штатив. Если используются металлические штативы (7.3.2.2), то весьма удобно и рационально ставить наполненные пробирки непосредственно в штатив. Тогда испытательные образцы легко перемещать в термостат и водяные бани без дальнейших переносов и манипуляций.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8292-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a9c40d4-4e1c-44e4-bbbd-00a10044effa/iso-8292-2-2008>

Таблица 1 — Протоколы измерения

Протокол измерения		Область применения	Инструментальные требования	Первое время при 0 °С	Темперирование		Второе время при 0 °С	Режим измерения	
№.	Название				Время	Темп.		Тип	Время
				мин	ч	°С	мин		
1I	Нестабилизирующий косвенный	Жиры и смеси (содержащие преимущественно растительные жиры, гидрогенизированные и/или перэстерифицированные), кристаллизующиеся в β'-полиморфе и используемые для маргаринов, спредов, кулинарных жиров и других пищевых продуктов	время повтора ^a , $t_{rep} = 2$ с; число импульсов ^b , $n_p = 3$	—	—		(60 ± 2)	Последовательное	(30 ± 1)
2I	β-стабилизирующий косвенный	Масло какао, эквиваленты масла какао и аналогичные жиры, содержащие большие количества 2-олео-ди-насыщенных триацилглицеринов и кристаллизующиеся в β-полиморфе	время повтора, $t_{rep} = 6$ с; число импульсов ^c , $n_p = 1$	(90 ± 2)	(40 ± 0,5)	26	(90 ± 2)	Последовательное	(60 ± 2)

^a Требуется 6 с для жиров в β-полиморфной форме.

^b Значения для импульсов усредняются прибором. Предпочтительно использовать три импульса, но некоторые старые приборы могут быть установлены или только на один или четыре (1² или 2²) импульса, и в этом случае используются четыре импульса.

^c Использование трех импульсов обеспечивает достаточно времени в измерительной ячейке для частичного расплавления образца и уменьшения SFC во время измерения.

9.5 Исключение тепловой предыстории

Когда все требуемые пробирки наполнены, переносят их в термостат (7.4). Выдерживают при температуре термостата в течение как минимум 15 мин.

9.6 Уравновешивание при начальной температуре и измерение сигнала от 100 %-ной жидкой фазы

Переносят все пробирки в водяную баню (7.3.2) или термостатированные блоки (7.3.3) при 60 °C. Выдерживают как минимум 15 мин. Время выдерживания может быть больше, чем это, но не должно быть короче, так как иначе не будет достигнуто полное равновесие.

Для всех испытательных образцов и стандартного образца триолеина (Раздел 6) регистрируют сигнал спада намагниченности жидкой фазы при 70 мкс, S_2 . Если какой-либо из испытательных протонов не полностью жидкий, тогда процедуру измерения повторяют при температуре выше 60 °C, при которой испытательный образец растворится полностью.

9.7 Кристаллизация и темперирование

Начиная с этой стадии, все временные интервалы должны поддерживаться с допусками, установленными здесь или в протоколе измерения.

Если требуется в выбранном протоколе измерения, переносят пробирки в баню при 0 °C. Оставляют в ней на период, установленный в столбце "первое время при 0 °C" в протоколе измерения.

Если требуется в выбранном протоколе измерения, переносят пробирки в баню для темперирования, установленную на заданную температуру. Оставляют в бане на установленный период времени.

Начиная с эталонного образца триолеина, с интервалами $(1,0 \pm 0,5)$ мин, переносят пробирки в баню при 0 °C. Оставляют в ней на период, установленный в столбце "второе время при 0 °C" в протоколе измерения.

9.8 Измерение SFC

Для косвенного метода проводят последовательные измерения.

С интервалами $(1,0 \pm 0,5)$ мин точно в той же последовательности, в какой они были помещены в баню при 0 °C, переносят две пробирки, содержащие испытательные образцы, в водяную баню или термостатированный блок при первой (самой низкой) температуре измерения.

ПРИМЕЧАНИЕ Опыт показывает, что можно легко переносить пробирку из бани или блока в спектрометр и проводить измерение за 15 с. Следовательно, две пробирки могут быть легко обработаны за 1 мин.

Спустя заданное в протоколе измерения время, продолжая точно в такой же последовательности, пробирки переносят в спектрометр. Перед помещением в измерительную ячейку каждую пробирку быстро вытирают бумажной салфеткой для удаления остатков воды. Регистрируют SFC (или, если автоматическое вычисление невозможно, сигнал спада намагниченности жидкой фазы, измеренный при 70 мкс, S_2). Если спектрометр NMR оснащен компьютером, тогда, при условии что пробирки со стандартным образцом триолеина измерены первыми, значения SFC могут быть непосредственно представлены на дисплее так же, как в прямом методе.

Переносят пробирки, содержащие каждый испытательный образец, в водяную баню или термостатированный блок, поддерживающие вторую (следующую самую низкую) температуру измерения, с интервалами $(1,0 \pm 0,5)$ мин.