



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЖИРИ ТА ОЛІЇ ТВАРИННІ І РОСЛИННІ

Приготування метилових ефірів жирних кислот
(ISO 5509:2000, IDT)

ДСТУ ISO 5509–2002

Відповідає офіційному тексту

З питань придбання офіційного видання звертайтеся
до національного органу стандартизації
(ДП «УкрНДНЦ» <http://uas.org.ua>)

ПЕРЕДМОВА

- 1 ВНЕСЕНО Технологічним інститутом молока та м'яса УААН спільно з Технічним комітетом стандартизації «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки» (ТК 140)
- 2 НАДАНО ЧИННОСТІ наказом Держстандарту України від 18 вересня 2002 р. № 513 з 2003–10–01
- 3 Стандарт відповідає ISO 5509:2000 Animal and vegetable fats and oils — Preparation of methyl esters of fatty acids (Жири та олії тваринні і рослинні. Приготування метилових ефірів жирних кислот)
Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)
Переклад з англійської (en)
- 4 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ
- 5 ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Г. Єресько**, д-р техн. наук; **М. Яцюта**, канд. техн. наук; **Г. Насирова**, канд. біол. наук; **М. Міщенко**; **О. Козаченко**

Право власності на цей документ належить державі.

Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати цей документ повністю чи частково на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу Держспоживстандарту України заборонено. Стосовно врегулювання прав власності звертатись до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2003

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ.....	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Основний метод з використанням трифториду бору	1
4 Метод з використанням гідроксиду триметилсульфонію (ТМСГ)	4
5 Метод переетерифікації	6
6 Точність	7
Додаток А Загальні аналітичні процедури	8
Додаток В Результати міжлабораторного дослідження	9

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є ідентичний переклад ISO 5509:2000 Animal and vegetable fats and oils — Preparation of methyl esters of fatty acids (Жири та олії тваринні і рослинні. Приготування метилових ефірів жирних кислот).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 140 «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки». Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

Стандарт встановлює методи приготування метилових ефірів жирних кислот.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ» — оформлено згідно з ДСТУ 1.5–93, ДСТУ 1.7–2001;
- до розділу 2 «Нормативні посилання» внесено «Національне пояснення» щодо перекладу стандартів українською мовою, яке виділено в тексті рамкою;
- одиниці фізичної величини об'єму «мл» і «л» замінено на «см³» і «дм³» (система SI);
- до розділу 3 «Основний метод з використанням трифториду бору» внесено національну примітку щодо використання води дистильованої згідно з ГОСТ 6709–72 «Вода дистиллированная. Технические условия».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЖИРИ ТА ОЛІЇ ТВАРИННИ І РОСЛИННИ

Приготування метилових ефірів жирних кислот

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Приготовление метиловых эфиров жирных кислот

ANIMAL AND VEGETABLE FATS AND OILS

Preparation of methyl esters of fatty acids

Чинний від 2003–10–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює методи приготування метилових ефірів жирних кислот.

Він охоплює методи приготування метилових ефірів із тваринних і рослинних жирів та олій, жирних кислот і мил. Для різних випадків зазначено такі три методи метилювання:

- a) метод з використанням трифториду бору (BF_3) (див. розділ 3);
- b) метод з використанням гідроксиду триметилсульфонію (ТМСГ) (див. розділ 4);
- c) метод переетерифікації (див. розділ 5).

Отримані в такий спосіб метилові ефіри використовують в різних аналітичних процедурах, що потребують застосування такого роду продуктів заміщення — наприклад, у газорідній хроматографії (ГРХ), тонкошаровій хроматографії (ТШХ) та інфрачервоній спектроскопії (ІЧ).

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі нормативні документи:

ISO 661 Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample

ISO 3696 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 661 Тваринні та рослинні жири і олії. Приготування контрольної проби

ISO 3696 Вода для застосування у лабораторних дослідженнях. Технічні умови і методи випробування

3 ОСНОВНИЙ МЕТОД З ВИКОРИСТОВУВАННЯМ ТРИФТОРИДУ БОРУ

ЗАСТОРОГА! Метод, який описано, передбачає використання потенційно небезпечних реактивів. Треба дотримуватися звичайних заходів обережності щодо захисту очей і захисту від хімічних опіків.

Трифторид бору отруйний. Через це лаборантам готувати метиловий розчин трифториду бору з метанолу і трифториду бору не рекомендовано (див. А.1 в додатку А).

3.1 Принцип

Гліцериди омилюють розчином гідроксиду натрію в метанолі. Мила перетворюються в метилові ефіри після реакції з комплексом трифториду бору/метанолу.

Для аналізів чистих жирних кислот і мил, омилювання за допомогою гідроксиду натрію не обов'язкове і ефіри можуть бути приготовлені безпосередньо під час реакції з трифторидом бору.

3.2 Застосування

Цей метод є кращий для більшості олій, жирів та їхніх похідних (жирних кислот, мил), за винятком молочних жирів і жирів, що містять жирні кислоти зі специфічними групами.

Під час етерифікації сполуки, що містять наступні конфігурації, можуть цілком або частково розпадатися:

- кето-, еокси-, гідрокси- і гідропероксигрупи;
- циклопропілові та циклопропенілові групи;
- ацетиленові жирні кислоти.

Якщо жирова маса містить такі сполуки в дуже малих кількостях, наприклад, бавовняна олія, цей метод також застосовують; в інших випадках слід діяти відповідно до методів, описаних у розділах 4 або 5.

Для газової хроматографії оптимальне відновлення метилових ефірів з реагуючої суміші одержано за використання ізооктану. Однак, може бути відновлено тільки 75 % метилкапроату (C₆) від загального вмісту.

3.3 Реактиви

Використовують реактиви тільки визнаного аналітичного рівня.

3.3.1 Вода, що відповідає 3 сорту згідно з ISO 3696

Національна примітка

В Україні використовують воду дистильовану згідно з ГОСТ 6709.

3.3.2 Гідроксид натрію, метиловий розчин, приблизно 0,5 моль/дм³

2 г гідроксиду натрію розчиняють в 100 см³ метанолу, що містить не більше, ніж 0,5 % (за масою) води. Якщо розчин зберігати протягом значного часу, може утворитися невелика кількість білого осаду карбонату натрію; він не впливає на готування метилових ефірів.

3.3.3 Трифторид бору (BF₃), метиловий розчин, 12 %, 15 % (за масою)¹⁾ (див. А.1)

3.3.4 Ізооктан (2,2,4-триметилпентан), для хроматографічного аналізу (див. А.2)

ЗАСТОРОГА! Ізооктан легкозаймистий і пожежебезпечний. Вибухонебезпечна концентрація в повітрі — від 1,1 % до 6,0 % (за об'ємом). Він токсичний для органів травлення і дихальних шляхів. Під час роботи з цим розчинником користуються справною витяжною шафою.

3.3.5 Хлорид натрію, насичений водний розчин

3.3.6 Сульфат натрію, зневоднений

3.3.7 Азот, з вмістом кисню менше, ніж 5 мг/кг

3.3.8 Гексан, для хроматографічного аналізу, тільки для безводних метилових ефірів (див. А.2)

Може бути використаний петролейний ефір з температурою кипіння від 40 до 60 °С, передистильований, що не вміщує залишків, із бромним числом менше, ніж 1.

3.3.9 Метиловий червоний, розчин 1 г/дм³ у 60 % (за об'ємом) етанолу

3.4 Апаратура

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема, таке:

3.4.1 Колба, місткістю від 50 до 100 см³, зі скляним корком, притертим до горловини

3.4.2 Зворотний холодильник, з ефективною довжиною від 20 до 30 см, зі шліфом, притертим до колби (3.4.1)

3.4.3 Кипілки, знежирені

¹⁾ 14 %, 20 % (Merck No. 8.01663) і 50 % — розчини, які виробляють для реалізації. Ця інформація наведена для зручності користування цим стандартом і не свідчить про будь-яку перевагу з боку ISO щодо цих продуктів.

3.4.4 Градуйована або автоматична піпетка місткістю 10 см³, обладнана гумовою грушею

3.4.5 Флакон місткістю 4 см³, із гвинтовою накривкою

3.4.6 Ділильна лійка місткістю 250 см³, тільки для безводних метилових ефірів

3.4.7 Роторний випарник

3.4.8 Аналітичні ваги, здатні зважувати з точністю до 0,001 г

3.5 Готування дослідної проби

Дослідна проба повинна бути рідкою, зневодненою та очищеною. Далі діють згідно з ISO 661, але нагрівають пробу дещо вище за точку плавлення.

3.6 Процедура

ЗАСТОРОГА! Токсичний характер трифториду бору вимагає виконання метилювання у витяжній шафі. Важливо вимити весь скляний посуд водою негайно після використання.

3.6.1 Дослідна проба

Використовують таблицю 1, щоб підібрати відповідну колбу, а також вибрати кількість реактивів і розчинників, необхідних для метилювання дослідної проби.

Таблиця 1

Призначення	Дослідна проба, мг	Колба (3.4.1), см ³	Розчин NaOH (3.3.2), см ³	Розчин BF ₃ , (3.3.3), см ³	Розчинник (3.3.4) або (3.3.8), см ³
ГРХ	Від 100 до 250	50	4	5	Від 1 до 3
	Від 250 до 500	50	6	7	Від 2 до 5
ІЧ/ТШХ	Від 500 до 750	100	8	9	Від 4 до 8
	Від 750 до 1000	100	10	12	Від 7 до 10

3.6.2 Омилування

3.6.2.1 У випадку жирів та олій виконують відповідно до методу, зазначеного в 3.6.2.2.

У випадку жирних кислот і мил виконують відповідно до методу, зазначеного в 3.6.2.3.

3.6.2.2 Дослідну пробу вміщують у відповідну колбу. Див. таблицю 1 і додаток А. Додають відповідну кількість (див. таблицю 1) метилового розчину гідроксиду натрію (3.3.2) і кипілки (3.4.3). Зворотний холодильник (3.4.2) приєднують до колби.

Якщо жирні кислоти містять більше двох подвійних зв'язків, видаляють повітря з колби, наповнюючи її за декілька хвилин зневодненим азотом (3.3.7) безпосередньо перед кип'ятінням.

Кип'ятять зі зворотним холодильником до зникнення крапельок жиру, акуратно помішуючи вміст колби з інтервалом від 30 с до 1 хв, щоб запобігти формуванню кільця з гідроксиду натрію на стінках колби. Ця процедура, звичайно, потребує від 5 до 10 хв, але в окремих виняткових випадках може знадобитися і більше часу, (див. А.3 і А.4). Додають відповідну кількість (див. таблицю 1) метилового розчину трифториду бору (3.3.3) через верхню частину холодильника.

Далі діють згідно з 3.6.3 або 3.6.4.

3.6.2.3 Вміщують дослідну пробу у відповідну колбу (див. таблицю 1). У колбу додають відповідну кількість (див. таблицю 1) метилового розчину трифториду бору (3.3.3). Холодильник (3.4.2) приєднують до колби.

Далі діють згідно з 3.6.3 або 3.6.4.

3.6.3 Готування метилових ефірів у ізооктанових розчинах (в основному, для цілей газоріднинної хроматографії)

3.6.3.1 Продовжують кип'ятити протягом 3 хв. У випадку наявності у жирах жирних кислот з довгими ланцюжками, наприклад, у риб'ячому жирі, продовжують кип'ятіння протягом 30 хв.

3.6.3.2 Відповідну кількість (див. таблицю 1) ізооктану (3.3.4) додають у киплячу суміш через верхню частину холодильника.

3.6.3.3 Знімають колбу з джерела тепла та від'єднують зворотний холодильник. НЕГАЙНО, не даючи колбі охолонути, додають 20 см³ розчину хлориду натрію (3.3.5). Колбу закривають корком і інтенсивно струшують протягом, принаймні, 15 с.

3.6.3.4 Додають ще насиченого розчину хлориду натрію (3.3.5), щоб довести рівень суміші до горловини колби. Дають двом фазам можливість розділитися.

3.6.3.5 Від 1 до 2 см³ верхнього ізооктанового шару переносять у флакон місткістю 4 см³ (3.4.5) і додають невелику кількість зневодненого сульфату натрію (3.3.6) для повного видалення слідів води.

Інжекцію ізооктану можна здійснювати в такий спосіб:

а) безпосередньо на насаджувальну колонку для газорідної хроматографії (див. А.5);

б) після відповідного розведення ізооктаном для капілярних колонкових систем перед інжекцією (див. А.6);

с) після розведення розчинником з нижчою температурою кипіння, таким, як гептан, — в особливому випадку капілярної інжекції у колонку.

3.6.4 Готування зневоднених метилових ефірів (для ТШХ або ІЧ спектроскопії)

3.6.4.1 Продовжують кип'ятити протягом 3 хв.

3.6.4.2 Відповідну кількість (див. таблицю 1) гексану (3.3.8) додають у киплячу суміш через верхню частину холодильника.

3.6.4.3 Колбу знімають з джерела тепла та від'єднують зворотний холодильник. НЕГАЙНО, не даючи колбі охолонути, додають 20 см³ розчину хлориду натрію (3.3.5). Колбу закривають пришлифтованим корком та інтенсивно струшують протягом, принаймні, 15 с.

3.6.4.4 Сольовий розчин і гексановий шар переносять у ділильну лійку місткістю 250 см³ (3.4.6). Додають близько 30 см³ насиченого розчину хлориду натрію. Дають двом фазам можливість розділитися. Розчин гексану зберігають. Сольовий розчин екстрагують двічі, використовуючи по 50 см³ гексану (3.3.8).

3.6.4.5 Об'єднують розчин гексану і два екстракти та промивають порціями води по 20 см³ (3.3.1), використовуючи розчин метилового червоного (3.3.9) як індикатор.

Просушують над зневодненим сульфатом натрію (3.3.6). Фільтрують розчин і обережно випаровують розчинник на водяній бані у струмені азоту (3.3.7) або використовуючи роторний випарник (3.4.7).

Якщо залишок проби містить значну кількість метилових ефірів з короткими ланцюжками (від C₆ до C₁₀), навряд чи можна уникнути істотної їх втрати. Для дослідних проб менших, ніж 500 мг, бажано пропорційно зменшити об'єми розчинів хлориду натрію, розчинника і води (див. А.6).

4 МЕТОД З ВИКОРИСТОВУВАННЯМ ГІДРОКСИДУ ТРИМЕТИЛСУЛЬФОНІЮ (ТМСГ)

ЗАСТОРОГА! Цей метод передбачає використання потенційно небезпечних реактивів. Слід дотримуватися звичних заходів обережності щодо захисту очей і захисту від хімічних опіків. Гідроксид триметилсульфонію — отруйний.

4.1 Принцип

Дослідна проба розчиняється у t-бутилметиловому ефірі, а метилові ефіри готують переетерифікацією з гідроксидом триметилсульфонію (ТМСГ). Негайно вводять пробу у газовий хроматограф за температури інжектора вище ніж 250 °С. У присутності жирних кислот з короткими ланцюжками (від 4 до 8 атомів вуглецю), рекомендовано використовувати метиловий ефір валеріанової кислоти як внутрішній стандарт (див. 4.2).

4.2 Застосування

Цей прискорений метод використовують тільки для готування метилових ефірів для ГРХ. Його застосовують до всіх жирів та олій, зокрема до молочного жиру та сумішей, що містять молочний жир. Ізомеризація ненасичених жирних кислот в цьому разі не спостерігалася.

Метод можна застосовувати до сполук, що містять хімічні конфігурації, перераховані у 3.2, але невідомо, чи має місце повне перетворювання їх у метилові ефіри. Навіть вільні жирні кислоти у цьому разі етерифікуються лише у межах від 70 % до 80 %.

Ліпіди, що містять гідроксильні групи, частково перетворюються у похідні О-метилового ефіру, піки яких можуть накладатись на піки метилових ефірів жирних кислот (МЕЖК) під час ГРХ розділення. Тому метод одержування похідних з використанням ТМСГ рекомендовано з обмеженнями для ліпідів, що містять гідроксильні групи. З іншого боку, його можна використати як діагностичний метод, аналізуючи такі ліпіди за методом ГРХ/мас-спектрометрії.

Процедура з використанням ТМСГ не може бути застосована під час використання способу «холодного інжектування» у ГРХ аналізах. Більше того, не рекомендовано використання полярних стаціонарних фаз (ціанопрілісилоксанів).

Для визначання жирних кислот з короткими ланцюжками (від C₄ до C₈) рекомендовано використовувати метиловий ефір валеріанової кислоти (метилпентаноату) як внутрішній стандарт, якщо сама проба не містить валеріанової кислоти.

4.3 Реактиви

Використовують реактиви тільки визнаного аналітичного рівня.

4.3.1 t-бутилметиловий ефір

4.3.2 Гідроксид триметилсульфонію (ТМСГ)²⁾, метиловий розчин, 0,2 моль/дм³

Цей розчин залишається стабільним протягом 2 місяців, якщо його зберігати за температури 4 °С у малих кількостях у закритій пробірці.

Примітка. Метод готування наведено у посиланні [3].

4.3.3 Маточний розчин внутрішнього стандарту, тільки для визначання масляної і/або капронової кислот

Відважують з точністю до 0,1 мг близько 250 мг метилового ефіру валеріанової кислоти в 50 см³ мірній колбі. Використовують ізооктан, щоб розчинити пробу та довести до поділки.

4.3.4 Контрольний розчин внутрішнього стандарту, тільки для визначання масляної і/або капронової кислот

10 см³ маточного розчину (4.3.3) додають в 100 см³ мірну колбу і доводять ізооктаном до поділки. Розраховують концентрацію цього контрольного розчину (див. А.8).

4.3.5 Петролейний ефір

4.3.6 Сульфат натрію, зневоднений

4.4 Апаратура

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема, таке:

4.4.1 Пробірки, 2 см³, зі скляними корками, притертими до горловини (флакони для автосамплеру).

4.4.2 Градуйовані піпетки місткістю 1000 мкл

4.4.3 Мірні колби місткістю 50 і 100 см³

4.4.4 Гофрований фільтрувальний папір

4.4.5 Роторний випарник

4.5 Готування дослідної проби

Дослідна проба повинна бути рідка, зневоднена та очищена. Далі діють згідно з ISO 661, але нагрівають пробу дещо вище за точку плавлення.

4.6 Процедура

4.6.1 Дослідна проба

Дослідну пробу масою (10 ± 2) мг відважують в пробірку (4.4.1).

За більшого вмісту води у пробах, використовують більшу кількість дослідної проби.

Обережно розплавляють тверді проби за температур, приблизно на 10 °С вищих за їх точки плавлення, та перемішують. Уникають перегрівання.

²⁾ Гідроксид триметилсульфонію (артикул 70152) постачається Macherey-Nagel GmbH Co., D-52313 Düren. Ця інформація наведена для зручності користування цим стандартом і не свідчить про будь-яку перевагу з боку ISO щодо цих продуктів.

Проби, що містять воду, розчиняють у петролейному ефірі (4.3.5). Осушувальну речовину видаляють фільтрацією через фільтрувальний папір і старанно промивають залишок петролейним ефіром. Розчинник видаляють за допомогою роторного випарника (4.4.5).

4.6.2 Готування метилових ефірів

4.6.2.1 Піпеткою (4.4.2), додають 500 мкл t-бутилметилового ефіру та розчиняють пробу, злегка підігрівачи її, за необхідності.

Для визначання масляної і/або капронової кислоти, замість t-бутилметилового ефіру, додають 500 мкл контрольного розчину внутрішнього стандарту (4.3.4).

4.6.2.2 У цей розчин піпеткою (4.4.2) додають 250 мкл розчину ТМСГ (4.3.2) та інтенсивно струшують протягом 30 с (див. А.7).

4.6.2.3 Отриманий розчин (4.6.2.2) готовий до інжектування у газовому хроматографі. Через те, що метилові ефіри вільних жирних кислот утворюються тільки під час інжектування, потрібна температура інжектора не менша ніж 250 °С (див. А.2 і А.7).

Якщо необхідно приготувати розчин до інжектування, використовують суміш t-бутилметилового ефіру (4.3.1) і метанолу (9 + 1), щоб уникнути осаджування ТМСГ.

5 МЕТОД ПЕРЕЕТЕРИФІКАЦІЇ

ЗАСТОРОГА! Цей метод передбачає використання потенційно небезпечних реактивів. Слід дотримуватися звичайних заходів обережності щодо захисту очей і захисту від хімічних опіків. Метиловий розчин гідроксиду калію отруйний.

5.1 Принцип

Гліцериди розчиняються в ізооктані та перетворюються в метилові ефіри під час переетерифікації з гідроксидом калію. Після закінчення реакції, гідроксид калію нейтралізують кислим сірчанокислим натрієм, щоб запобігти омилуванню метилових ефірів.

5.2 Застосування

Цей прискорений метод застосовують до харчових жирів та олій, що вміщують жирні кислоти до C₄, у яких вміст вільних жирних кислот (ВЖК) не перевищує 2 %, та під час визначання масляної кислоти (C₄) або капронової кислоти (C₆) з використанням внутрішнього стандарту.

Для проб з вищим вмістом ВЖК необхідно використовувати надлишок гідроксиду калію. Зважаючи на те, що вільні жирні кислоти і мила не етерифікуються гідроксидом калію, цей метод можна використовувати для отримання метилових ефірів тільки для гліцеридної частини проб.

Метод можна застосовувати до сполук, що містять хімічні конфігурації, перераховані у 3.2, але невідомо, чи відбувається повне перетворювання їх у метилові ефіри.

5.3 Реактиви

Використовують реактиви тільки визнаного аналітичного рівня.

5.3.1 Гідроксид калію, метиловий розчин, приблизно 2 моль/дм³

Зважаючи на те, що на практиці гідроксид калію містить близько 15 % води, діють таким чином. Розчиняють, злегка підігрівачи, 13,1 г гідроксиду калію в 100 см³ чистого метанолу.

Достатню кількість зневодненого сульфату натрію додають у розчин, щоб висушити його. Щоб отримати прозорий розчин, його фільтрують. Якщо розчин зберігати протягом значного часу, може утворитися невелика кількість білого осаду карбонату натрію; він не впливає на готування метилових ефірів, якщо використовувати прозорий супернатант.

5.3.2 Ізооктан (2, 2, 4-триметилпентан), для хроматографічного аналізу (див. А.2)

5.3.3 Кислий сірчанокислий натрію моногідрат

5.3.4 Маточний розчин внутрішнього стандарту, тільки для визначання масляної і/або капронової кислот

Відважують, з точністю до 0,1 мг, близько 250 мг метилового ефіру валеріанової кислоти (метилпентаноату) у 50 см³ мірну колбу. Використовують ізооктан (5.3.2), щоб розчинити пробу і розбавити до поділки.

5.3.5 Контрольний розчин внутрішнього стандарту, тільки для визначання масляної і/або капронової кислот.

10 см³ маточного розчину (5.3.4) додають у 100 см³ мірну колбу і розбавляють ізооктаном (5.3.2) до поділки. Розраховують концентрацію цього контрольного розчину (див. А.8).

5.4 Апаратура

Звичайне лабораторне устаткування, зокрема, таке:

5.4.1 Пробірка, місткістю 5 см³, зі скляним корком, притертим до горловини

5.4.2 Градуйована піпетка або диспенсер місткістю 4 см³, і/або мірна піпетка місткістю 4 см³

5.4.3 Піпетка або автоматична піпетка місткістю 200 мкл

5.4.4 Флакон місткістю 4 см³, з гвинтовою накривкою

5.4.5 Мірні колби місткістю 50 і 100 см³

5.5 Готування дослідної проби

Дослідна проба повинна бути рідка, зневоднена та очищена. Далі діють згідно з ISO 661, але нагрівають пробу дещо вище за точку плавлення.

5.6 Процедура

5.6.1 Дослідна проба

У пробірку (5.4.1) відважують дослідну пробу масою близько 60 мг. Для визначання масляної і/або капронової кислот відважують дослідну пробу з точністю 0,1 мг.

5.6.2 Готування метилових ефірів

5.6.2.1 Піпеткою або диспенсером (5.4.2) додають 4 см³ ізооктану (5.3.2), щоб розчинити пробу, злегка підігрівачи, за необхідності.

Для визначання масляної і/або капронової кислот використовують піпетку (5.4.2), щоб ввести 4,00 см³ контрольного розчину (5.3.5) замість ізооктану.

5.6.2.2 Піпеткою (5.4.3) додають у цей розчин 200 мкл метилового розчину гідроксиду калію (5.3.1) і закривають пробірку корком. Інтенсивно струшують суміш протягом 30 с. Суміш, мутна на початку реакції через відділення гліцерину, потім стане прозорою.

5.6.2.3 Близько 1 г кислого сірчаноокислого натрію моногідрату (5.3.3) додають у розчин і струшують інтенсивно, щоб нейтралізувати гідроксид калію.

5.6.2.4 Після осадження солі декантують верхній шар, що вміщує метилові ефіри, у флакон місткістю 4 см³ (5.4.4).

Отриманий розчин ізооктану буде вміщувати близько 15 мг/см³ метилових ефірів, і він може бути інжектований таким чином:

- а) безпосередньо на насадкову колонку для газорідинної хроматографії (див. А.5);
- б) після відповідного розбавлення ізооктаном для капілярних колонкових систем перед інжектуванням;
- в) після розбавлення розчинником з нижчою температурою кипіння, таким, як гептан. — в особливому випадку капілярної інжекції у колонку.

6 ТОЧНІСТЬ

Деталі міжлабораторного дослідження для порівняння трьох різних процедур готування метилових ефірів узагальнені в додатку В. Значення збіжності та відтворності не розраховують, тому що ці значення залежать не тільки від готування метилових ефірів, але і від колонок, що їх використовують, умов ГРХ та апаратури для ГРХ.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

ЗАГАЛЬНІ АНАЛІТИЧНІ ПРОЦЕДУРИ

А.1 Готування BF_3

Якщо необхідно приготувати розчин трифториду бору в метанолі, діють таким чином.

ЗАСТОРОГА! Під час роботи використовують витяжну шафу.

1 дм³ метанолу відливають у колбу місткістю 2 дм³. Охолоджують його льодяною водою у водяній бані. Продовжують тримати колбу у водяній бані, дають пухирцям BF_3 вийти із газового циліндра через скляну трубку до занурення останньої в метанол і до її видалення, щоб повністю запобігти потраплянню рідини в систему розширення газу. Не повинно спостерігатися утворення білої пари за надто швидкого виходу газу з колби.

Реактив залишається стабільним протягом 2 років за умови зберігання його в холодильнику.

А.2 Реактиви

Реактиви не повинні утворювати піків, що перетинаються з піками метилових ефірів жирних кислот під час газорідної хроматографії.

Під час газорідної хроматографії метилових ефірів певні реактиви можуть утворювати випадкові піки на графіку. Так, під час довгого зберігання у метаноловому розчині трифториду бору можуть виникати компоненти, які заважають аналізу в області кислот від C_{20} до C_{22} .

Отже, кожна нова партія реактиву або розчинника повинна бути перевірена готуванням метилових ефірів чистої олеїнової кислоти та їх хроматографуванням. У разі виявлення зайвих піків, від реактиву слід відмовитися.

А.3 Омилювання

Для такого класу олій, як касторова олія, розчинних у метанолі, крапельок олії не спостерігається. Таким чином, освітлювання розчину не є свідченням завершення реакції.

А.4 Неомильна речовина

Неомильна речовина не видаляється і, у випадку присутності у значній кількості, може вплинути на наступні аналізи. У цьому випадку, важливо доповнити описаний метод наступними операціями.

Дистильованою водою розбавляють розчин, отриманий після омилювання, і екстрагують неомильну речовину діетиловим ефіром, гексаном або петролейним ефіром. Водний розчин підкислюють і екстрагують жирні кислоти ізооктаном або гексаном. Готують з них метилові ефіри відповідно до 3.6.3—4.6.2.

А.5 Зберігання розчину метилового ефіру

Бажано проводити аналізи ефірів якнайшвидше. За необхідності, ізооктановий розчин, що вміщує метилові ефіри, може зберігатися у середовищі інертного газу в холодильнику.

Для довшого зберігання необхідно попередити самоокислення метилових ефірів введенням в них антиоксидантів у такій концентрації, яка б не вплинула на наступні аналізи, наприклад, 0,05 г/дм³ розчину ВНТ (2,6-ді-*t*-бутил-4-метилфенолу).

Метилові ефіри, що містять метилбутират, потрібно зберігати тільки в запаяних ампулах, крім того під час заповнювання та запаювання ампул важливо вживати застережні заходи, щоб попередити втрати через випаровування.

А.6 Зберігання сухих метилових ефірів

Аналізи сухих метилових ефірів без розчинника слід проводити без затримки. Якщо це необхідно, їх можна зберігати в холодильнику в середовищі інертного газу протягом 24 год, або триваліший час — в герметично закритому посуді в морозильнику.

А.7 Метод ТМСГ

Вільні жирні кислоти реагують з ТМСГ з формуванням відповідних солей, які в інжекторі перетворюються у метилові ефіри та диметилсульфід.

Щоб не відбувалося закупорювання, внутрішній діаметр увідного капіляру повинен бути значним. В іншому разі його слід очищувати нагріванням або промиванням розчинниками.

Якщо метиловий ефір валеріанової кислоти застосовано як внутрішній стандарт, його слід додавати безпосередньо в t-бутилметиловий ефір, який використовують для розчинення проби (від 0,5 до 1,0 мг/см³).

А.8 Кількість метилових ефірів

Якщо жирні кислоти визначають кількісно методом газорідинної хроматографії у разі використання внутрішнього(-ніх) стандарту(-ів), важливо точно відважити дослідну пробу, тобто з точністю до 0,1 мг. Результати потрібно виражати як відсоток (за масою) вмісту жирних кислот у жирі або олії. Це не узгоджується з результатами, що обчислені методом внутрішньої нормалізації.

ДОДАТОК В

(довідковий)

РЕЗУЛЬТАТИ МІЖЛАБОРАТОРНОГО ДОСЛІДЖЕННЯ

Спільне міжлабораторне дослідження проведено у 1995 році. У цьому дослідженні брали участь вісім лабораторій, було досліджено вісім проб з різним вмістом вільних жирних кислот. Метою дослідження було визначання застосовності трьох різних методів для готування метилових ефірів з різних видів жирів та олій і визначання вмісту вільних жирних кислот. Результати зведені у таблицях від В.1 до В.8. Для основних жирних кислот указано мінімальні та максимальні значення, а також середні значення та стандартні відхилення.

Таблиця В.1 — Очищена кокосова олія (ВЖК = 0,03 %)

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 6:0	0,3	0,6	0,5	0,1
С 8:0	5,6	7,8	6,7	0,7
С 10:0	5,3	6,0	5,6	0,3
С 12:0	46,0	47,6	46,8	0,6
С 14:0	17,7	19,1	18,3	0,4
С 16:0	9,0	9,7	9,4	0,3
С 18:0	2,7	3,0	2,9	0,1
С 18:1	7,4	7,9	7,7	0,2
С 18:2	1,9	2,2	2,0	0,1
С 20:0	0,1	0,1	0,1	0,0
С 20:1	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	96,1	104,0	100,0	2,8
Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (6 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 6:0	0,5	0,7	0,6	0,1
С 8:0	7,1	8,5	7,8	0,5
С 10:0	5,6	6,3	6,0	0,2
С 12:0	45,8	47,6	46,7	0,7
С 14:0	16,4	17,9	17,4	0,5
С 16:0	8,5	9,4	8,9	0,3
С 18:0	2,5	3,2	2,8	0,2
С 18:1	6,8	7,9	7,4	0,4
С 18:2	1,6	2,6	2,1	0,3
С 20:0	0,1	0,3	0,2	0,1
С 20:1	0,0	0,5	0,1	0,2
Сума	95,0	104,9	100,0	3,7
Метод переетерифікації (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 6:0	0,5	0,7	0,6	0,1
С 8:0	6,5	9,3	7,4	0,6
С 10:0	5,4	7,1	5,9	0,3
С 12:0	45,8	52,0	46,8	0,7
С 14:0	16,7	18,6	18,0	0,4
С 16:0	6,6	9,5	9,1	0,3
С 18:0	1,7	3,0	2,8	0,2
С 18:1	4,7	8,0	7,5	0,3
С 18:2	1,1	2,2	1,9	0,1
С 20:0	0,0	0,1	0,1	0,0
С 20:1	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	89,1	110,7	100,0	3,1

Таблиця В.2 — Очищена соєва олія (ВЖК = 0,06 %)

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 14:0	0,0	0,1	0,0	0,0
С 16:0	10,4	11,0	10,6	0,2
С 16:1	0,0	0,1	0,1	0,0
С 17:0	0,1	0,2	0,1	0,0
С 18:0	3,6	3,9	3,7	0,1
С 18:1	20,7	21,0	20,9	0,1
С 18:2	54,5	55,7	55,2	0,4
С 18:3	7,9	9,0	8,4	0,4
С 20:0	0,3	0,5	0,4	0,1
С 20:1	0,2	0,3	0,2	0,1
С 22:0	0,3	0,4	0,4	0,0
С 24:0	0,0	0,2	0,1	0,1
Сума	98,0	102,4	100,0	1,6
Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (6 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 14:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 16:0	10,5	11,3	10,7	0,3
С 16:1	0,0	0,1	0,1	0,1
С 17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 18:0	3,6	3,8	3,7	0,1
С 18:1	20,6	22,5	21,2	0,7
С 18:2	53,4	55,7	54,8	0,9
С 18:3	7,7	9,0	8,3	0,4
С 20:0	0,3	0,6	0,4	0,1
С 20:1	0,1	0,7	0,3	0,2
С 22:0	0,3	0,5	0,4	0,1
С 24:0	0,0	0,2	0,1	0,1
Сума	96,5	104,8	100,0	3,1
Метод переетерифікації (8 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 14:0	0,0	0,1	0,1	0,0
С 16:0	10,1	12,1	10,7	0,6
С 16:1	0,0	0,1	0,1	0,0
С 17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 18:0	3,4	4,0	3,7	0,2
С 18:1	20,4	21,4	20,8	0,3
С 18:2	54,7	56,2	55,2	0,5
С 18:3	8,1	9,0	8,5	0,3
С 20:0	0,3	0,5	0,4	0,1
С 20:1	0,1	0,3	0,2	0,1
С 22:0	0,1	0,4	0,3	0,1
С 24:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	97,2	104,3	100,0	2,4

Таблиця В.3 — Очищена рослинна олія (ВЖК = 0,3 %)

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 8:0	0,4	0,6	0,5	0,1
С 10:0	0,4	0,5	0,5	0,0
С 12:0	5,0	5,5	5,3	0,1
С 14:0	3,1	3,2	3,2	0,0
С 16:0	49,2	50,6	50,0	0,5
С 17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 18:0	37,8	39,6	38,9	0,6
С 18:1	0,1	0,8	0,5	0,3
С 18:2	0,0	0,2	0,1	0,1
С 20:0	0,6	0,7	0,6	0,0
С 22:0	0,3	0,4	0,3	0,1
С 24:0	0,0	0,1	0,1	0,1
Сума	96,9	102,4	100,0	1,9
Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (6 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 8:0	0,3	0,9	0,6	0,2
С 10:0	0,4	0,6	0,5	0,1
С 12:0	5,2	7,0	5,7	0,7
С 14:0	3,1	3,3	3,2	0,1
С 16:0	47,8	50,1	49,2	0,8
С 17:0	0,0	1,0	0,3	0,4
С 18:0	37,5	39,2	38,3	0,7
С 18:1	0,2	1,0	0,7	0,3
С 18:2	0,0	0,9	0,3	0,4
С 20:0	0,5	0,7	0,6	0,1
С 22:0	0,3	0,7	0,4	0,2
С 24:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	95,2	105,5	100,0	3,8
Метод переетерифікації (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 8:0	0,5	0,8	0,5	0,1
С 10:0	0,4	0,6	0,5	0,0
С 12:0	5,0	6,6	5,4	0,2
С 14:0	3,1	3,6	3,2	0,1
С 16:0	49,5	51,0	50,2	0,5
С 17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 18:0	36,7	40,0	38,4	0,6
С 18:1	0,1	0,9	0,6	0,3
С 18:2	0,0	0,2	0,0	0,1
С 20:0	0,5	0,7	0,6	0,0
С 22:0	0,0	0,4	0,4	0,1
С 24:0	0,0	0,1	0,0	0,1
Сума	95,7	105,1	100,0	2,0

Таблиця В.4 — Неочищена рослинна олія (ВЖК = 6,4 %)

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 12:0	0,1	0,2	0,1	0,0
С 14:0	1,0	1,1	1,0	0,0
С 16:0	43,3	45,1	43,8	0,6
С 16:1	0,0	0,2	0,1	0,1
С 17:0	0,1	0,1	0,1	0,0
С 18:0	4,5	4,8	4,7	0,1
С 18:1	38,4	39,3	38,9	0,4
С 18:2	9,9	10,8	10,3	0,3
С 18:3	0,2	0,5	0,3	0,1
С 20:0	0,4	0,5	0,4	0,0
С 20:1	0,1	0,2	0,1	0,1
С 22:0	0,0	0,1	0,1	0,0
Сума	97,9	102,9	100,0	1,7
Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (6 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 12:0	0,1	1,2	0,5	0,4
С 14:0	1,0	1,3	1,1	0,1
С 16:0	42,6	45,4	43,7	1,0
С 16:1	0,0	0,2	0,1	0,1
С 17:0	0,0	1,5	0,3	0,6
С 18:0	4,4	6,1	4,8	0,6
С 18:1	37,5	38,9	38,4	0,6
С 18:2	9,1	10,9	10,0	0,6
С 18:3	0,2	0,8	0,4	0,2
С 20:0	0,3	0,7	0,5	0,1
С 20:1	0,0	0,3	0,1	0,1
С 22:0	0,0	0,6	0,1	0,2
Сума	95,3	108,0	100,0	4,7
Метод переетерифікації (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 12:0	0,0	0,2	0,1	0,0
С 14:0	1,0	1,1	1,0	0,0
С 16:0	43,2	45,9	43,7	0,6
С 16:1	0,0	0,2	0,1	0,1
С 17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 18:0	4,4	4,9	4,7	0,2
С 18:1	38,3	39,6	39,1	0,5
С 18:2	9,9	10,8	10,3	0,3
С 18:3	0,0	0,5	0,3	0,1
С 20:0	0,3	0,5	0,4	0,0
С 20:1	0,0	0,2	0,1	0,0
С 22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	97,0	104,2	100,0	1,9

Таблиця В.5 — Неочищений риб'ячий жир (ВЖК = 3,8 %)

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
C 12:0	0,0	1,0	0,2	0,4
C 14:0	7,0	8,7	7,9	0,6
C 14:1	0,0	1,0	0,2	0,3
C 15:0	0,0	0,5	0,4	0,2
C 16:0	15,9	20,4	18,2	1,6
C 16:1	8,2	9,7	8,9	0,5
C 16:2	0,0	2,1	0,8	1,1
C 16:3	0,0	1,7	0,7	0,9
C 16:4	0,0	2,6	1,0	1,3
C 17:0	0,0	1,6	0,8	0,6
C 17:1	0,0	1,6	0,3	0,6
C 18:0	3,3	6,0	4,1	0,9
C 18:1	12,1	13,6	13,0	0,5
C 18:2	1,3	2,4	1,7	0,4
C 18:3	0,6	2,0	1,1	0,4
C 18:4	0,0	3,2	2,2	1,0
C 20:0	0,3	0,9	0,4	0,2
C 20:1	0,0	2,3	1,8	0,8
C 20:2	0,0	0,4	0,2	0,2
C 20:3	0,0	1,3	0,4	0,5
C 20:4	0,8	1,6	1,2	0,4
C 20:5	17,0	18,9	18,2	0,7
C 22:0	0,0	0,9	0,2	0,3
C 22:1	2,1	2,6	2,4	0,2
C 22:2	0,0	0,8	0,2	0,4
C 22:4	0,0	0,8	0,3	0,3
C 22:5	2,2	2,5	2,3	0,1
C 22:6	9,8	10,9	10,4	0,3
C 24:0	0,0	0,3	0,1	0,1
C 24:1	0,0	0,5	0,3	0,3
Сума	80,8	123,0	100,0	16,1

Таблиця В.5 — Неочищений риб'ячий жир (ВЖК = 3,8 %) (продовження)

Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (6 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
C 12:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C 14:0	7,4	9,6	8,6	0,9
C 14:1	0,0	0,6	0,2	0,2
C 15:0	0,0	0,6	0,4	0,2
C 16:0	16,2	21,5	18,8	1,9
C 16:1	8,5	10,2	9,2	0,6
C 16:2	0,0	1,8	0,8	0,9
C 16:3	0,0	1,8	0,6	0,9
C 16:4	0,0	2,1	0,4	0,9
C 17:0	0,4	1,6	0,9	0,5
C 17:1	0,0	1,2	0,2	0,5
C 18:0	3,6	6,5	4,3	1,1
C 18:1	12,9	14,3	13,6	0,5
C 18:2	1,3	1,7	1,5	0,2
C 18:3	0,6	2,4	1,3	0,8
C 18:4	0,0	2,6	2,0	1,0
C 20:0	0,2	1,9	0,6	0,6
C 20:1	0,0	2,6	1,8	0,9
C 20:2	0,0	0,7	0,2	0,3
C 20:3	0,0	0,8	0,2	0,3
C 20:4	0,8	1,4	0,9	0,2
C 20:5	16,7	19,4	17,8	1,3
C 22:0	0,0	0,8	0,2	0,3
C 22:1	0,0	3,0	1,9	1,1
C 22:2	0,0	2,3	0,7	0,9
C 22:4	0,0	0,7	0,3	0,3
C 22:5	1,9	2,6	2,3	0,3
C 22:6	8,9	11,1	9,9	0,9
C 24:0	0,0	0,3	0,1	0,1
C 24:1	0,0	0,9	0,2	0,4
Сума	79,4	127,4	100,0	19,1

Таблиця В.5 — Неочищений риб'ячий жир (ВЖК = 3,8 %) (продовження)

Метод переетерифікації (8 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
C 12:0	0,0	0,1	0,1	0,1
C 14:0	6,5	10,7	8,5	1,4
C 14:1	0,0	0,3	0,2	0,1
C 15:0	0,0	0,6	0,4	0,2
C 16:0	15,9	20,8	18,5	1,8
C 16:1	7,6	10,3	9,0	0,9
C 16:2	0,0	2,2	0,6	0,9
C 16:3	0,0	1,8	0,7	0,8
C 16:4	0,0	2,6	0,6	1,2
C 17:0	0,4	1,8	1,1	0,6
C 17:1	0,0	2,7	0,7	1,0
C 18:0	0,0	4,3	3,3	1,4
C 18:1	12,6	13,7	13,2	0,4
C 18:2	1,3	2,7	1,7	0,5
C 18:3	0,6	1,7	0,9	0,4
C 18:4	0,0	3,4	2,3	1,0
C 20:0	0,2	0,8	0,4	0,2
C 20:1	0,0	2,4	1,7	0,8
C 20:2	0,0	0,6	0,2	0,2
C 20:3	0,0	0,9	0,2	0,4
C 20:4	0,8	1,6	1,1	0,3
C 20:5	16,6	20,2	18,8	1,1
C 22:0	0,0	0,7	0,1	0,2
C 22:1	0,0	2,8	1,8	1,0
C 22:2	0,0	2,3	0,5	0,8
C 22:4	0,0	0,8	0,3	0,4
C 22:5	1,9	2,6	2,3	0,2
C 22:6	8,9	15,3	10,7	1,9
C 24:0	0,0	0,3	0,0	0,1
C 24:1	0,0	0,8	0,2	0,3
Сума	73,3	132,1	100,0	20,6

Таблиця В.6 — Суміш масла і жирної кислоти (ВЖК = 70 %)

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 6:0	0,2	0,4	0,3	0,1
С 8:0	3,0	3,8	3,5	0,3
С 10:0	2,9	3,3	3,1	0,1
С 12:0	27,3	30,7	28,3	1,2
С 14:0	10,1	11,1	10,5	0,3
С 16:0	20,2	21,3	20,8	0,4
С 16:1	0,0	0,4	0,3	0,1
С 18:0	4,9	5,6	5,3	0,2
С 18:1	18,6	21,1	20,2	0,9
С 18:2	5,9	7,0	6,4	0,4
С 18:3	0,2	0,3	0,2	0,0
С 20:0	0,3	0,4	0,3	0,1
С 20:1	0,2	0,5	0,3	0,1
С 22:0	0,0	0,4	0,2	0,1
С 22:1	0,0	0,4	0,2	0,1
Сума	93,9	106,7	100,0	4,6
Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (5 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 6:0	0,0	0,6	0,5	0,1
С 8:0	0,3	4,8	4,4	0,4
С 10:0	2,1	3,7	3,5	0,2
С 12:0	10,0	30,2	29,0	0,9
С 14:0	7,7	10,6	10,1	0,4
С 16:0	19,8	26,4	20,5	0,6
С 16:1	0,0	0,3	0,1	0,2
С 18:0	5,0	9,1	5,4	0,5
С 18:1	15,3	32,7	18,5	2,0
С 18:2	5,5	10,2	6,4	0,6
С 18:3	0,2	0,6	0,4	0,2
С 20:0	0,3	0,8	0,4	0,1
С 20:1	0,2	0,5	0,3	0,1
С 22:0	0,0	0,5	0,3	0,1
С 22:1	0,0	0,8	0,3	0,3
Сума	66,4	131,8	100,0	6,7

Таблиця В.7 — Свинячий жир

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 10:0	0,0	0,1	0,1	0,0
С 12:0	0,0	0,1	0,1	0,0
С 14:0	1,5	1,7	1,6	0,1
С 16:0	24,2	25,6	24,8	0,5
С 16:1	2,6	3,6	3,0	0,3
С 17:0	0,3	0,4	0,3	0,0
С 17:1	0,3	0,4	0,3	0,0
С 18:0	13,0	13,9	13,4	0,4
С 18:1	41,9	44,3	43,2	0,7
С 18:2	10,3	11,3	10,6	0,3
С 18:3	0,9	1,4	1,0	0,2
С 20:0	0,2	0,8	0,3	0,2
С 20:1	0,5	1,1	0,9	0,2
С 20:2	0,0	0,5	0,4	0,2
С 22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	95,7	105,3	100,0	3,3
Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (6 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 10:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 12:0	0,0	1,5	0,3	0,6
С 14:0	1,5	1,8	1,6	0,1
С 16:0	22,1	25,4	24,2	1,2
С 16:1	2,6	3,3	3,0	0,2
С 17:0	0,3	0,5	0,4	0,1
С 17:1	0,2	0,5	0,3	0,1
С 18:0	12,6	13,7	13,3	0,4
С 18:1	41,7	44,9	43,2	1,1
С 18:2	9,8	11,5	10,5	0,6
С 18:3	0,8	2,0	1,2	0,5
С 20:0	0,2	0,8	0,4	0,2
С 20:1	0,2	1,6	1,0	0,5
С 20:2	0,2	0,6	0,5	0,2
С 22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	92,3	108,4	100,0	6,0

Таблиця В.7 — Свинячий жир (продовження)

Метод переетерифікації (8 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 10:0	0,0	0,1	0,1	0,1
С 12:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 14:0	1,5	1,6	1,6	0,1
С 16:0	23,6	25,4	24,6	0,7
С 16:1	2,6	3,4	3,0	0,3
С 17:0	0,3	0,4	0,3	0,0
С 17:1	0,2	0,4	0,3	0,1
С 18:0	12,8	13,7	13,2	0,3
С 18:1	42,9	44,3	43,5	0,5
С 18:2	10,3	11,2	10,7	0,3
С 18:3	0,8	1,5	1,1	0,3
С 20:0	0,2	0,8	0,4	0,3
С 20:1	0,6	1,2	0,9	0,2
С 20:2	0,0	0,5	0,3	0,2
С 22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сума	95,9	104,7	100,0	3,5

Таблиця В.8 — Суміш масла какао з молочним жиром (9 : 1)

Метод із застосуванням трифториду бору (7 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 4:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 6:0	0,1	0,2	0,2	0,1
С 8:0	0,1	0,1	0,1	0,0
С 10:0	0,2	0,3	0,2	0,1
С 12:0	0,3	0,4	0,3	0,0
С 14:0	1,1	1,6	1,2	0,2
С 14:1	0,0	0,1	0,1	0,0
С 15:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 16:0	25,5	28,3	26,3	0,9
С 16:1	0,3	0,6	0,4	0,1
С 17:0	0,2	0,3	0,3	0,0
С 18:0	31,5	33,9	33,1	0,8
С 18:1	32,6	33,7	33,2	0,4
С 18:2	2,8	3,5	3,0	0,2
С 18:3	0,2	0,3	0,2	0,0
С 20:0	0,8	1,0	0,9	0,1
С 20:1	0,0	0,1	0,1	0,0
С 22:0	0,0	0,2	0,1	0,1
Сума	95,7	105,0	100,0	3,3
Метод із застосуванням гідроксиду триметилсульфонію (6 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 4:0	0,0	0,4	0,2	0,2
С 6:0	0,2	0,4	0,3	0,1
С 8:0	0,0	0,4	0,2	0,2
С 10:0	0,3	0,4	0,3	0,0
С 12:0	0,3	0,6	0,4	0,1
С 14:0	1,1	1,8	1,3	0,2
С 14:1	0,0	0,2	0,1	0,1
С 15:0	0,0	0,8	0,3	0,3
С 16:0	25,4	27,3	26,2	0,6
С 16:1	0,3	0,7	0,5	0,1
С 17:0	0,3	0,3	0,3	0,0
С 18:0	28,7	33,7	32,3	1,9
С 18:1	31,8	33,1	32,7	0,5
С 18:2	2,8	5,3	3,5	1,0
С 18:3	0,2	0,5	0,3	0,1
С 20:0	0,9	1,3	1,0	0,2
С 20:1	0,0	0,1	0,1	0,1
С 22:0	0,0	0,3	0,2	0,1
Сума	92,3	107,6	100,0	5,8

Таблиця В.8 — Суміш масла какао з молочним жиром (9 : 1) (закінчення)

Метод переетерифікації (8 лабораторій)				
МЕЖК	Мінімальний	Максимальний	Середній	Ст. відх.
С 4:0	0,0	0,4	0,2	0,2
С 6:0	0,1	0,3	0,2	0,1
С 8:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 10:0	0,2	0,4	0,3	0,1
С 12:0	0,3	0,7	0,4	0,1
С 14:0	1,1	1,7	1,2	0,2
С 14:1	0,0	0,2	0,1	0,1
С 15:0	0,0	0,2	0,1	0,1
С 16:0	25,5	27,9	26,4	0,8
С 16:1	0,3	0,7	0,4	0,1
С 17:0	0,0	0,4	0,3	0,1
С 18:0	31,4	33,8	32,9	0,8
С 18:1	32,4	33,5	33,2	0,4
С 18:2	2,7	3,6	2,9	0,3
С 18:3	0,0	0,3	0,2	0,1
С 20:0	0,0	1,1	0,8	0,3
С 20:1	0,0	0,1	0,0	0,0
С 22:0	0,0	0,7	0,2	0,2
Сума	93,9	106,4	100,0	4,2

БІБЛІОГРАФІЯ

- [1] Bannon, Craske et al. J. Am. Oil Chem. Soc., 62, 1985, p. 150.
 [2] Bannon, Craske et al. J. Am. Oil Chem. Soc., 64, 1987, p. 1413.
 [3] Schulte and Weber. Fat Sci. Technol., 91, 1989, p. 181.

67.200.10

Ключові слова: тваринні жири, олії, метилові ефіри, методи метилювання, метод переетерифікації, газорідинна хроматографія, тонкошарова хроматографія, інфрачервона спектрометрія
