



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЖИР МОЛОЧНИЙ

**Виявлення рослинного жиру методом
газорідинної хроматографії стеринів
(контрольний метод)
(ISO 3594:1976, IDT)**

ДСТУ ISO 3594–2001

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2002

ПЕРЕДМОВА

- 1 ВНЕСЕНО Технологічним інститутом молока та м'яса УААН спільно з Технічним комітетом зі стандартизації «Молоко, м'ясо та продукти їх переробки» (ТК 140)
- 2 НАДАНО ЧИННОСТІ наказом Держстандарту України від 28 грудня 2001 р. № 657 з 2003–01–01
- 3 Стандарт відповідає ISO 3594:1976 Milk fat. Detection of vegetable fat by gas-liquid chromatography of sterols (Reference method) (Жир молочний. Виявлення рослинного жиру методом газорідинної хроматографії стеринів (контрольний метод))
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; С. Гуляєв-Зайцев, д-р техн. наук; М. Міщенко; О. Козаченко; С. Вербицький; П. Лопата

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати документ повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу Держстандарту України заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності звертатися до Держстандарту України

Держстандарт України, 2002

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Суть методу	1
4 Реактиви і матеріали	1
5 Апаратура	2
6 Відбирання проб	2
7 Проведення вимірювання	2
8 Оброблення результатів	3
9 Чутливість	3
10 Протокол випробувань	4

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є ідентичний переклад ISO 3594:1976 Milk fat. Detection of vegetable fat by gas-liquid chromatography of sterols (Reference method) (Жир молочний. Виявлення рослинного жиру методом газорідинної хроматографії стеринів (контрольний метод)

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

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 назв стандартів;
- до пункту 4.3 внесено «Національні примітки»;
- одиницю фізичної величини об'єму «мл» замінено на «см³» (система SI).

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЖИР МОЛОЧНИЙ

Виявлення рослинного жиру методом
газорідинної хроматографії стеринів (контрольний метод)

ЖИР МОЛОЧНЫЙ

Обнаружение растительного жира методом
газожидкостной хроматографии стеринов (контрольный метод)

MILK FAT

Detection of vegetable fat by
gas-liquid chromatography of sterols (reference method)

Чинний від 2003–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на молочний жир та встановлює контрольний метод виявлення наявності рослинних жирів, що містять β-ситостерин, газорідною хроматографією (ГРХ). Межа виявлення залежить від вмісту β-ситостерину у доданому рослинному жири.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

ISO/R 707, Milk and milk products — Sampling

ISO 3595, Milk fat — Detection of vegetable fat by the phytosteryl acetate test

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO/R 707 Молоко та молочні продукти. Настанови щодо відбирання проб

ISO 3595 Молочний жир. Виявлення рослинних жирів за допомогою фітостерилу ацетату

3 СУТЬ МЕТОДУ

Метод засновано на осадженні стеринів у вигляді дигітонідів, згідно з ISO 3595, і розчиненні їх у суміші формаміду і диметилформаміду з подальшою екстракцією стеринів пентаном. Остаточне розділення стеринів проводять газорідною хроматографією.

Якщо на хроматограмі виявляють пік з часом утримування β-ситостеринів, то підтверджується наявність рослинного жиру в зразку досліджуваного жиру. Піки інших фітостеринів також підтверджують цей висновок.

4 РЕАКТИВИ І МАТЕРІАЛИ

Усі реактиви повинні бути аналітичної якості.

4.1 Формамід і диметилформамід, суміш у рівних об'ємах.

4.2 н-Пентан.

4.3 Насадка колонки: 2–4%-ве завантаження смоли каучукової метилсиліконової, стабільної за температури до 300 °С, на діаметровий носій, промитий кислотою, лугом і силанізований; розмір частинок 80/100 (від 175 до 150 мкм) або 100/120 (від 150 до 125 мкм).

Національні примітки:

1. В Україні застосовують у хроматографічному аналізованні термін: «метилсиліконовий еластомір».
2. В Україні застосовують у хроматографічному аналізованні позначення: 80/100 «меш» або 100/120 «меш».

4.4 Розчин для перевірення чутливості: 1 мг свіжоприготованих стеринів молочного жиру в 1 см³ н-пентану (див. 7.2).

4.5 Розчин для перевірення ефективності розділення: 0,9 мг стеринів рапсової олії та 0,1 мг стеринів молочного жиру в 1 см³ н-пентану; кожен стерин повинен бути свіжоприготованим з рапсової олії і молочного жиру (див. 7.2).

4.6 Розчин для арбітражного контролювання: 1 мг стеринів соєвої олії у 1 см³ н-пентану. Стерини повинні бути свіжоприготованими із соєвої олії (див. 7.2).

4.7 Газ-носій: азот.

4.8 Водень.

4.9 Кисень або повітря.

5 АПАРАТУРА

Звичайне лабораторне устаткування і зокрема:

5.1 Хроматограф газований, оснащений водневим полуменево-іонізаційним детектором, а також срібною або скляною системою або із вбудованим прямо на колонці дозувальним приладом, і з запикувальним пристроєм.

5.2 Колонка газохроматографічна, скляна, U-подібна або спіральна довжиною від 100 до 200 см, із внутрішнім діаметром від 2 до 4 мм.

Примітка. Нержавіючу сталь не можна використовувати, оскільки деякі її види спричиняють спотворення результатів через погіршення якості стеринів.

5.3 Мікрошприц, місткістю 5 або 10 см³.

6 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Згідно з ISO/R 707.

7 ПРОВЕДЕННЯ ВИМІРЮВАННЯ

7.1 Приготування досліджуваної проби

Згідно з ISO 3595.

7.2 Приготування стеринів

Близько 10 мг дигітоніна стерину, приготованого, як зазначено в ISO 3595, розчиняють у 0,5 см³ суміші формаміду і диметилформаміду (4.1) у невеликій лабораторній пробірці. У разі потреби — нагрівають. Додають 2,5 см³ н-пентану (4.2) в охолоджений розчин, закривають пробірку пробкою і струшують. Залишають у спокої до розшарування і використовують верхній шар пентану, що містить вільні стерини, для газохроматографічного аналізування. Цей розчин вміщує близько 1 мг стерину на мілілітр.

7.3 Умови газорідної хроматографії

Температуру колонки встановлюють від 220 до 250 °С. Температуру системи дозування додатково нагрівають на 20—40 °С вище температури колонки. Швидкість подавання азоту: від 30 до 60 см³/хв.

Від'єднують детектор і працюють з новою колонкою у цих умовах від 16 до 24 год, поки не буде досягнуто рівноваги. Під'єднують детектор, запалюють полум'я і регулюють швидкість подавання водню

і кисню або повітря так, щоб одержати придатну висоту полум'я і чутливість детектора. Вмикають записувальний пристрій із придатною підбраною швидкістю, виставляють нульову поділку і настраюють атенюатор. Якщо основна лінія стійка, то апарат готовий до роботи.

7.4 Перевіряння чутливості

Вводять у колонку від $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ см³ розчину для перевіряння чутливості (4.4). На газохроматограмі повинен з'явитися тільки один чітко виражений пік холестерину. Настраюють атенюатор так, щоб на записувальному пристрої одержати прогин приблизно на всю шкалу (див. рисунок 1).

7.5 Перевіряння ефективності розділення

Вводять у колонку від $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ см³ розчину для перевіряння ефективності розділення (4.5). На газохроматограмі повинні з'явитися піки холестерину, брасикастерину, кампестерину і β-ситостерину (див. рисунок 2). Вимірюють відстані, пропорційні часу утримування піків (відстані від моменту введення проби до максимальних точок піка): d_{CH} — для холестерину, d_B — для брасикастерину, d_C — для кампестерину і d_S — для β-ситостерину. Вимірюють ширину основи піків (утримувана величина між перетинами основної лінії з дотичними до точок перегину з передньої і задньої сторін піка), w_{CH} — для холестерину, w_B — для брасикастерину. Розділення піків $PR = 2(d_B - d_{CH})/(w_B + w_{CH})$ повинно бути не менше ніж 1.

Примітка. Щоб полегшити вимірювання основних значень ширини, продовжують найдовші прямі ділянки з кожної сторони піка до перетину з основною лінією; основною шириною буде відстань між точками перетину дотичних з основною лінією з двох сторін.

Підраховують відносний час утримування (холестерин = 1,00) для брасикастерину, кампестерину і β-ситостерину.

7.6 Арбітражне контролювання

Вводять у колонку від $3 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ см³ розчину для контрольного досліджування (4.6). На газохроматограмі повинні з'явитися піки кампестерину, стигмостерину і β-ситостерину (див. рисунок 3). Вимірюють відстань утримування піків, d_C — для кампестерину, d_{ST} — для стигмостерину і d_S — для β-ситостерину.

Підраховують відносний час утримування, який приблизно повинен відповідати:

холестерин	1,00 (близько 15 хв)
брасикастерин	1,13—1,15
кампестерин	1,32—1,34
стигмостерин	1,44—1,46
β-ситостерин	1,66—1,68

7.7 Аналізування

Перемикають атенюатор чотири рази (зазвичай двоступенево) у бік зниження і вводять таку саму кількість розчину стеринів (7.2), як використовували у 7.4. Записують газохроматограму.

8 ОБРОБЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Якщо на газохроматограмі спостерігають піки з часом утримування, характерним для β-ситостерину, і їхня висота становить більше ніж 2 % повної шкали, то це підтверджує наявність β-ситостеринів у досліджуваній пробі, тобто підтверджує наявність рослинного жиру в досліджуваному продукті.

Наявність на газохроматограмі піків інших фітостеринів, а саме: кампестерину або стигмостерину, підтверджує цей висновок.

9 ЧУТЛИВІСТЬ

Найменша границя вимірювань методу, описаного у цьому стандарті, — не менше 0,5 % β-ситостерину в молочному жирі. Границя виявлення рослинного жиру в молочному жирі не може бути встановлена, тому що це залежить від вмісту β-ситостерину в жирі, використовуваного як добавка, тобто від виду рослинного жиру або суміші жирів, доданих у молочний жир.

10 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАНЬ

Протокол випробувань повинен описувати використовуваний метод і отримані результати. У ньому треба подавати всі умови проведення випробування, не зазначені у цьому стандарті, або такі, що їх розглядають як необов'язкові, як і всі обставини, що можуть вплинути на результати випробування.

Протокол повинен містити всі деталі, необхідні для повної ідентифікації проби і його треба супроводжувати записаною газохроматограмою.

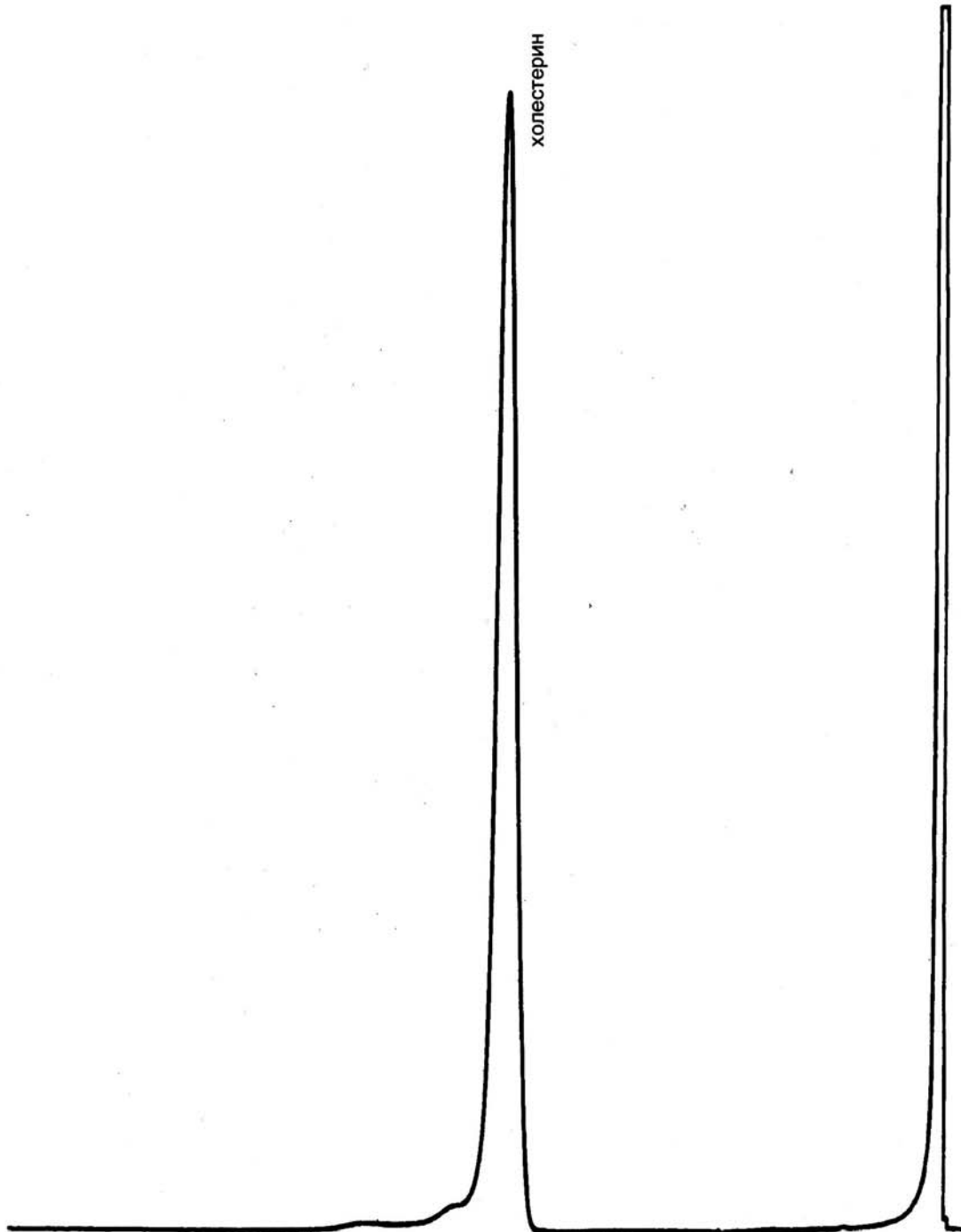


Рисунок 1 — Газорідинна хроматограма стеринів молочного жиру.

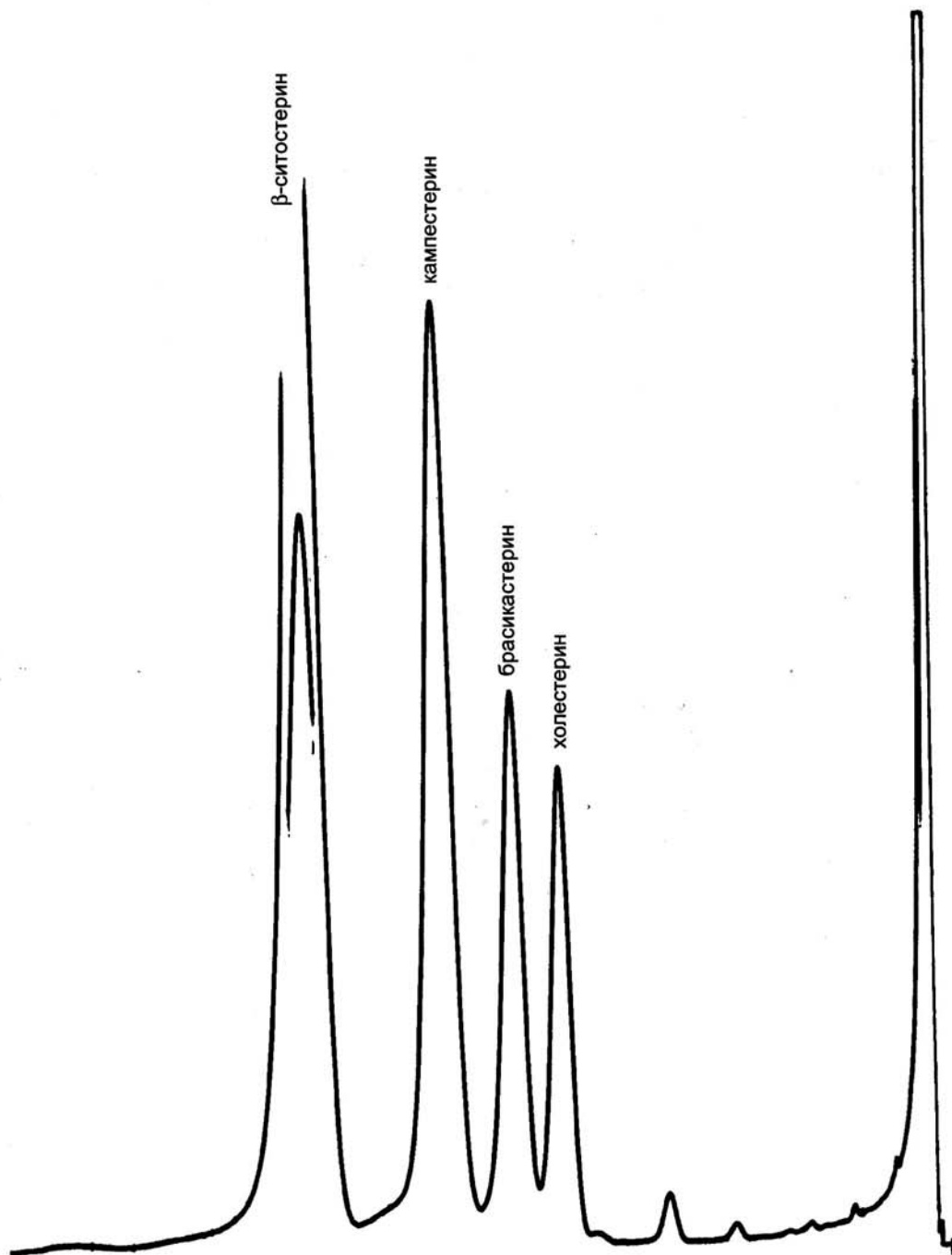


Рисунок 2 — Газорідинна хроматограма стеринів рапсової олії та стеринів молочного жиру

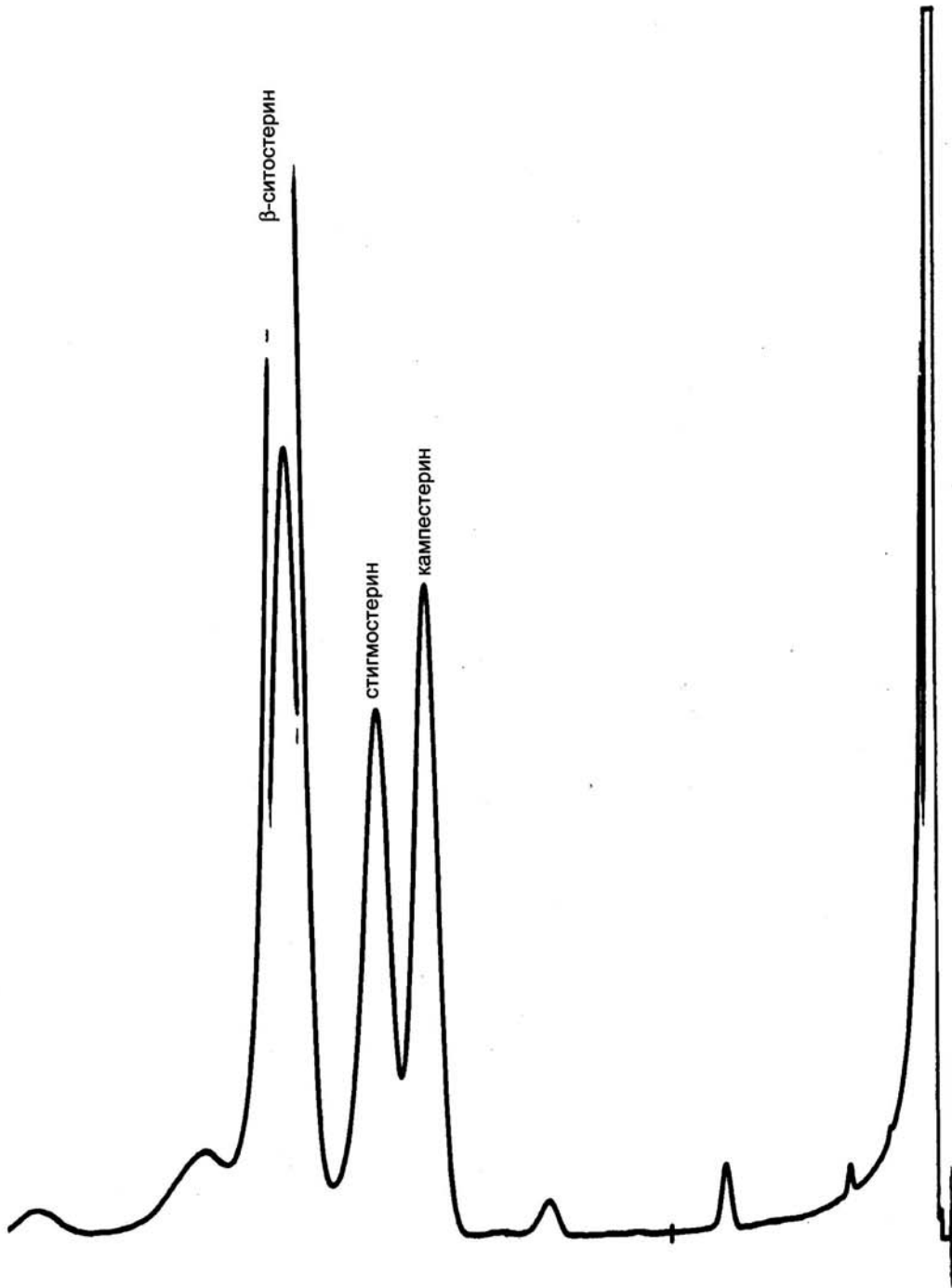


Рисунок 3 — Газорідинна хроматограма стеринів соєвої олії

67.100.10

Ключові слова: молочні продукти, молоко, хімічне аналізування, визначання складу, жири, газо-хроматографічний метод аналізування.

Редактор **Л. Данильченко**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Нагорна**
Комп'ютерна верстка **С. Павленко**

Підписано до друку 06.11.2002. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Редакційно-видавничий відділ УкрНДІССІ
03150, Київ-150, вул. Горького, 174