

Метод №13

Визначення вмісту твердого жиру в харчових оліях та жирах

Застосування

Вміст твердого жиру (SFC) є важливим вимірюванням для характеристики харчових олій/жирів, які використовуються в хлібопекарській, кондитерській та маргариновій промисловості, для яких потрібний швидкий та зручний метод.

Профіль плавлення (вміст твердого жиру (SFC) залежно від температури) визначає конкретне застосування харчової олії/жиру, тому є важливим параметром контролю якості як для постачальників, так і для кінцевих споживачів, а також для цілей розробки продукту. Посилення законодавства, пов'язаного зі скороченням або виключенням трансізомерів жирних кислот, викликало новий інтерес до цього методу, оскільки багато традиційних продуктів повинні бути модифікованими.

Переваги методу ЯМР

Традиційним методом вимірювання SFC є дилатометрія, але цей метод вважається повільним, неточним та громіздким. Однак протягом ряду років ядерний магнітний резонанс (ЯМР) є кращим методом визначення SFC.

- ЯМР відповідає всім прийнятим на міжнародному рівні офіційним вимогам до прямих методів вимірювання SFC: ISO 8292-1, AOCS Cd 16b-93; і IUPAC 2.150
- Час вимірювання ЯМР короткий (зазвичай 6 секунд) незважаючи на те, що потрібне кондиціонування зразка
- Метод ЯМР є неруйнівним, тому повторне або інше дослідження може бути проведене на тому самому зразку
- ЯМР дуже стабільний у довгостроковій перспективі та рідко потребує повторного калібрування.



Прямий метод

Прямий метод працює шляхом вимірювання сигналів від твердого та рідкого зразків у результаті ЯМР вільного індукційного розпаду (FID) зразка. Це можливо тому, що сигнали від твердих тіл розпадаються набагато швидше, ніж сигнали від рідин. Тому в принципі можливо проводити вимірювання у двох точках на FID (рис. 1), у точці S_0 , яка відповідає загальному сигналу твердих та рідких речовин, та в точці S_{70} , яка відповідає сигналу тільки рідини, після того, як сигнал твердої речовини зникне. Проста арифметика дає відсотковий вміст твердого жиру, який визначається як $(S_0 - S_{70})/S_0 \times 100$. На практиці не є можливим провести вимірювання в точці S_0 , відразу після 90° радіочастотного (РЧ) імпульсу. Короткий радіочастотний імпульс високої потужності спричиняє "дзвін" датчика на кілька мікросекунд, протягом цього часу вимірювання не можуть бути виконані. Замість цього перше вимірювання проводять одразу після цього періоду дзвону (або мертвого часу), у точці S_{11} . З огляду на те, що S_{11} не представляє собою сумарний сигнал від твердого тіла та рідини, необхідно застосувати поправку. Вона передбачає фіксоване співвідношення (відоме як f-фактор) між S_0 та S_{11} через втрату сигналу від твердого тіла протягом перших 11 мікросекунд загасання.

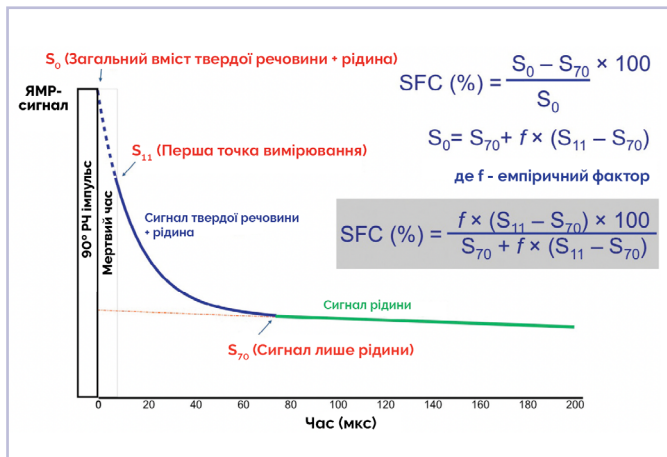


Рисунок 1: Схематична діаграма, що показує як вміст твердого жиру визначається на основі ЯМР вимірювання прямим методом.

Офіційні методи також існують для непрямого методу, який вимірює тільки сигнал рідини (абсолютне значення) і тому має бути зіставлений з тим самим зразком, коли він повністю розплавлений. Як наслідок, непрямий метод вимагає додаткового температурного етапу, а також зразка для температурної компенсації. Крім того, оскільки це метод зі зважуванням, підготовка зразка ускладнена, тому що весь зразок має перебувати на дні, а не на стінках пробірки.

На відміну від цього, прямий метод являє собою вимірювання співвідношення, що не є чутливим до розподілу зразка і не вимагає зважування, компенсаційного зразка або додаткового температурного етапу. Прямий метод є кращим методом ЯМР для визначення SFC.

Термостатування

Перед вимірюванням SFC зразки харчової олії та жиру мають бути термостатовані, щоб стабілізувати їхню кристалічну структуру. Процес термостатування включає в себе розташування зразків у термостатованих блоках на певний період часу. Після плавлення зразків за 100°C їх піддають попередньому кондиціонуванню за 60°C, а потім 0°C, щоб усунути їхню теплову історію. Стабілізація жирів, таких як масло какао, вимагає іншого температурного режиму. Після цього зразки стабілізують за різних температур до проведення ЯМР-аналізу. Це може бути виконано для одного і того ж зразка в "послідовному" режимі або для декількох аліквот зразка в "паралельному" режимі. Паралельний метод зазвичай кращий, тому що він швидший, проте він вимагає окремого блоку кондиціонування для кожної температури, принаймні 7-8, включно з етапами попереднього кондиціонування.



Кількість та значення температурних етапів, а також час, упродовж якого зразки перебувають при кожній температурі, встановлюють офіційним методом, якого дотримуються, наприклад, Міжнародною організацією зі стандартизації (ISO 8292-1), Американським товариством хіміків-дослідників олій (AOCS Cd 16b-93) або Міжнародною спілкою теоретичної та прикладної хімії (IUPAC 2.150). Більш детальну інформацію про офіційні методи можна отримати у відповідних організаціях. Як альтернатива - звернутися за консультацією до компанії Oxford Instruments.

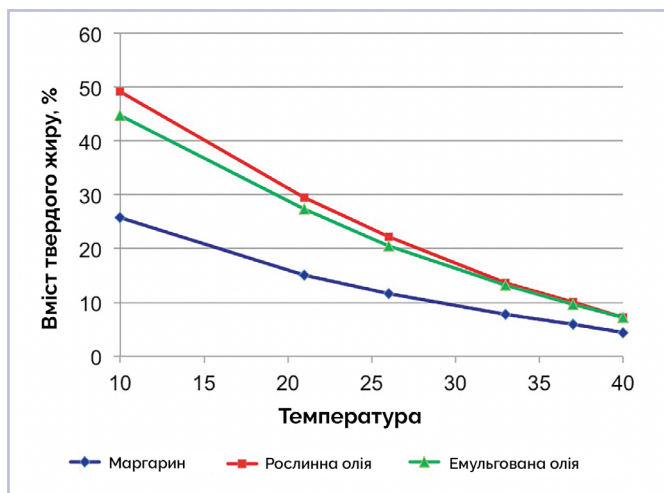


Рисунок 2: Графік, що показує профілі плавлення (вміст твердого жиру залежно від температури) різних олій/жирів.



Калібрування

Автоматична комп'ютерна програма визначає f-фактор, використовуючи зразки з відомим SFC. Такі штучні стандарти поставляються виробником ЯМР та призначені для того, щоб відповідати приблизно 0%, 30% і 70% SFC. Точні значення визначаються та сертифікуються виробником.

Результати

На рисунку 2 показано результати трьох кваліфікаційних зразків AOCS, використаних для валідації приладу. Двома найважливішими факторами в отриманні узгоджених результатів між лабораторіями, обидва з яких не залежать від приладу, є:

- (1) визначення f-фактора
- (2) використання одного і того ж протоколу термостатування, а також дотримання методу в усіх деталях.

Повна комплектація

Oxford Instruments пропонує пакет, спеціально розроблений для вимірювання вмісту твердого жиру:

- ЯМР-аналізатор Oxford Instruments **MQC•23**
 - Магніт високої однорідності 0,55 Тесла (23 МГц)
 - Датчик для пробірок діаметром 10 мм (об'єм проби 2 мл)
 - Вбудований системний блок керування (зовнішній ПК не потрібний)
 - Вбудований дисплей із пласким екраном
- Спеціальний програмний пакет для вимірювання вмісту твердого жиру, що надає прості процедури для калібрування, вимірювання та подання результатів
- Набір із 3 встановлених стандартів за 0, 30 і 70% вмісту твердого жиру для визначення f-фактора та подальших регулярних перевірок контролю якості
- Зразок для тестування/налаштування
- Скляні пробірки 10 мм
- Керівництво користувача

На додаток до перерахованого вище також потрібні:

- Водяні бані або сухоповітряні термостати для попереднього кондиціонування (за 60°C і 0°C)
- Водяні бані або термостати для стабілізації зразків при кожній температурі SFC. Як правило, 5-6 температур між 10°C і 50°C, щоб чітко визначити профіль точок плавлення.



Аналізатор **MQC• SFC** має численні переваги порівняно з іншими приладами, представленими на ринку:

- Дотримання вимог усіх офіційних прямих методів SFC
- Програмне забезпечення Solid Fat Direct супроводжує користувача в процесі вимірювання, записуючи дані про ідентифікацію зразка і температури вимірювання
- Інструкції можуть бути надані англійською, французькою, німецькою, іспанською, китайською та японською мовами
- Програмне забезпечення Solid Fat ProGen надає користувачеві гнучкість у визначенні ключових параметрів ЯМР; температури вимірювання та методу (послідовні, паралельні або індивідуальні вимірювання)
- Програмне забезпечення Solid Fat Reporter дає змогу досліджувати дані, будувати графіки й експортувати дані в інші програми; воно також дає змогу генерувати криві профілю плавлення
- Набір стандартів для калібрування приладів (визначення f-фактора)
- Займає невелику площу
- Низькі експлуатаційні витрати

Анотація

- Відповідає офіційним стандартам ISO, AOCS та стандартним методам IUPAC
- Просте калібрування з використанням постійних стандартів
- Просте, інтуїтивно зрозуміле програмне забезпечення, що підходить для некваліфікованого персоналу



Якщо у вас виникли запитання щодо цієї нотатки, будь ласка, зв'яжіться з нашими експертами:
magres@oxinst.com

за додатковою інформацією звертайтеся через сайт www.oxinst.com/mqc або електронну пошту: magres@oxinst.com.

Ця публікація є власністю компанії Oxford Instruments і містить лише загальну інформацію, яка (без письмової згоди компанії) не може бути використана, застосована або відтворена з будь-якою метою або бути частиною будь-якого замовлення або контракту, або розглядатися як представлення відповідних продуктів або послуг. Політика Oxford Instruments спрямована на постійне вдосконалення. Компанія залишає за собою право змінювати без попереднього повідомлення специфікацію, дизайн або умови поставки будь-якого продукту або послуги. Oxford Instruments підтверджує всі товарні знаки та реєстрації. © Oxford Instruments plc, 2023. Всі права захищені. Ref. SnFo-07-23

