



## طريقة التحليل

### تقدير الاختلاف بين المحتوى الفعلي

### والنظري لثلاثي أسيل الجليسرول ذي الرقم الكربوني المكافئ ECN 42

#### 1. النطاق

تقدير الاختلاف بين القيمة النظرية لثلاثي أسيل الجليسرول (المعروف اختصاراً باسم TAGs) مع رقم كربوني مكافئ 42 (ECN 42<sup>theoretical</sup>) يتم حسابه من تكوين الأحماض الدهنية، والنتائج التحليلية (ECN 42<sup>HPLC</sup>) التي يتم التوصل إليها من خلال التقدير في الزيت بواسطة التحليل الكروماتوجرافي عالي الأداء للسائل.

#### 2. مجال التطبيق

المعيار قابل للتطبيق على زيوت الزيتون. تعتبر الطريقة قابلة للتطبيق على اكتشاف وجود كميات صغيرة من زيوت البذور (الغنية بحمض اللينوليك) في كل فئة من فئات زيوت الزيتون.

#### 3. المبدأ

محتوى ثلاثي أسيل الجليسرول ذو رقم كربوني مكافئ ECN 42 الذي يتم تحديده بواسطة التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة والمحتوى النظري لثلاثي أسيل الجليسرول ذي الرقم الكربوني المكافئ 42 (الذي يتم حسابه على أساس تقدير GLC لتكوين الأحماض الدهنية) الذي يتوافق ضمن حد معين من زيوت الزيتون الأصلية. ويشير الفرق الذي يزيد عن القيم المعتمدة لكل نوع من الزيوت إلى أن الزيت يحتوي على زيوت بذور.

#### 4. الطريقة

تعتبر الطريقة الخاصة بحساب المحتوى النظري لثلاثي أسيل الجليسرول ذي الرقم الكربوني المكافئ 42 ECN والاختلاف الذي يتعلق ببيانات جهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة طريقة أساسية من خلال تنسيق البيانات التحليلية التي يتم الحصول عليها باستخدام طرق أخرى. من الممكن تمييز ثلاث مراحل: تقدير تكوين الأحماض الدهنية من خلال الفصل الكروماتوجرافي للغاز، وحساب التكوين النظري لثلاثي أسيل

الجليسول ذي الرقم الكربوني المكافئ ECN 42، وتقدير جهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة  
لثلاثي أسيل الجليسول ذي الرقم الكربوني المكافئ ECN 42.

#### 4.1 الأجهزة

- 4.1.1 قوارير مستديرة من الأسفل بسعة 250 و500 مللي لتر.
- 4.1.2 دوارق بسعة 100 مللي لتر
- 4.1.3 أنبوب زجاجي للتحليل الكروماتوجرافي، بقطر داخلي يبلغ 21 مم، وبطول 450 مم، به صنبور ومخروط معياري (أنثى) في الجزء العلوي.
- 4.1.4 أقماع فصل، بسعة 250 مللي لتر، بها مخروط معياري (ذكر) في الجزء السفلي، يناسب التوصيل بالجزء العلوي للأنبوب.
- 4.1.5 قضيب زجاجي، بطول 600 مم.
- 4.1.6 قمع زجاجي، بقطر 80 مم.
- 4.1.7 قوارير لقياس الحجم، بسعة 50 مللي لتر.
- 4.1.8 قوارير لقياس الحجم، بسعة 20 مللي لتر.
- 4.1.9 مبخّر دوار.
- 4.1.10 مخطاط كروماتوجرافي للسوائل عالي الكفاءة، يسمح بالتحكم المنظم في درجة حرارة الأنبوب.
- 4.1.11 وحدات حقن لتوصيل 10 ميكرو لتر.
- 4.1.12 جهاز كشف: مقياس انكسار تفاضلي. ينبغي أن تبلغ الحساسية الكلية  $10^{-4}$  وحدة على الأقل على معامل الانكسار.
- 4.1.13 الأنبوب: أنبوب من الصلب الذي لا يصدأ بطول 250 مم وقطر داخلي يبلغ 4.5 مم ملئ بجسيمات من جيل السيليكا بقطر 5 ميكرومتر مع 22 إلى 23 % من الكربون في شكل أوكتاديساييلين\*.
- 4.1.13 مسجل و/أو جهاز تكامل.

\*أمثلة: Lichrosorb (Merck) RP 18 Art 50333

Lichrosphere (Merck) 100 CH18 Art 50377 أو مكافئ

#### 4.2 الكواشف

ينبغي أن تكون الكواشف ذات نقاء تحليلي. ينبغي إزالة الغازات من المواد المذيبة للمستخلص، كما قد يتم إعادة تدويرها عدة مرات دون التأثير على عمليات الفصل.

4.2.1 تقطير البترول في درجة تحليل كروماتوجرافي تبلغ 40-60 درجة مئوية.

4.2.2 أثير إيثيلي، خالي من البروكسيد، ومقطر حديثاً.

- 4.2.3 مادة مذيية للمستخلص لتنقية الزيت بإجراء تقطير البترول لمزيج التحليل الكروماتوجرافي في الأنبوب/الأثير الإيثيلي (v/v) 87/13.
- 4.2.4 جيل السيليكا، شبكة 70-230، من نوع Merck 7734، مع محتوى مائي موحد على 5 % (w/w).
- 4.2.5 صوف زجاجي.
- 4.2.6 أسيتون لجهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة.
- 4.2.7 أسيتونتريل لجهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة.
- 4.2.8 مادة مذيية لمستخلص جهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة: أسيتونتريل + أسيتون (سيتم تعديل النسب للحصول على الفصل المطلوب، تبدأ بمزيج بنسبة 50:50) أو بروبيونتريل.
- 4.2.9 المادة المذية للذوبان: الأسيتون.
- 4.2.10 ثلاثي الجليسريد كمرجع: يمكن استخدام ثلاثي الجليسريد التجاري (ثلاثي بالميتين، ثلاثي الأولوين، وغير ذلك) ويتم تخطيط أوقات الاحتجاز بعد ذلك وفقًا للرقم الكربوني المكافئ، أو المخططات الكروماتوجرافية المرجعية التي يتم الحصول عليها من زيت الصويا، خليط بنسبة 30:70 من زيت الصويا - زيت زيتون وزيت زيتون نقي (راجع الملاحظتين الأولى والثانية والأشكال 1 و2 و3 و4).

### 4.3. تجهيز العينة

كما يمكن أن يؤدي عدد المواد المتداخلة إلى ظهور نتائج إيجابية خاطئة، يجب تنقية العينة دائمًا وفقًا لطريقة IUPAC رقم 2.507، المستخدمة لتقدير المركبات القطبية في دهون القلي.

#### 4.3.1 تجهيز أنبوب التحليل الكروماتوجرافي

املاً الأنبوب (4.1.3) بما يقرب من 30 مللي لتر من مذيب المستخلص (4.2.3)، ثم قم بإدخال بعض الصوف الزجاجي في الأنبوب (4.2.5) وادفعه إلى أسفل الأنبوب باستخدام القضيب الزجاجي (4.1.5).

في دورق بسعة 100 مللي لتر، قم بتعليق 25 جرام من جيل السيليكا (4.2.4) في 80 مللي لتر من مزيج المستخلص (4.2.3)، ثم قم بنقله إلى الأنبوب باستخدام قمع زجاجي (4.1.6).

لضمان النقل الكامل لجيل السيليكا إلى الأنبوب، اغسل الدورق بمزيج المستخلص وانقل أجزاء الغسل إلى الأنبوب أيضًا.

افتح الصنبور ودع المادة المذية تخرج من الأنبوب حتى يصل مستواها إلى 1 سم تقريبًا.

#### 4.3.2 التحليل الكروماتوجرافي للأنبوب

زن 0.001 جرام بدقة  $\pm 0.1$  جرام من الزيت، المرشح والمتجانس والمنزوع الماء في وقت سابق، عند الضرورة، في قارورة قياس حجم بسعة 50 مللي لتر (4.1.7.).  
قم بإذابة 20 مللي لتر تقريباً من المادة المذيبة للمستخلص (4.2.3.). وعند الضرورة، قم بالتسخين الخفيف لتسهيل عملية الإذابة. قم بالتبريد في درجة حرارة الغرفة وضبط الحجم باستخدام المادة المذيبة للمستخلص.

4.3.1. باستخدام ماصة لقياس الحجم، أدخل 20 مللي لتر من المحلول داخل الأنبوب المجهزة وفقاً للخطوة  
افتح الصنبور ودع المحلول يخرج إلى مستوى طبقة جيل السيليكا.

ثم قم باستخدام 150 مللي لتر من المادة المذيبة للمستخلص (4.2.3.)، وضبط معدل المادة المذيبة إلى نحو 2 مللي لتر/الدقيقة (ستستغرق كمية مقدارها 150 مللي لتر نحو 60-70 دقيقة للمرور عبر الأنبوب).

يتم استرداد المستخلص في قارورة مستديرة من الأسفل بسعة 250 مللي لتر (4.1.1.) التي تم وزنها الصافي في وقت سابق في فرن ووزنها بدقة. تخلص من المادة المذيبة عند ضغط منخفض (المبخر الدوار) وزن الكمية المتبقية التي سيتم استخدامها لتجهيز المحلول لإجراء تحليل جهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة وتجهيز إستر الميثيل.

يجب أن يبلغ استرداد العينة من الأنبوب 90 % على الأقل لفئات زيت الزيتون البكر الممتاز والبكر والعادي والمكرر، وكحد أدنى 80 % للزيوت الوقادة وزيوت ثفل الزيتون.

#### 4.4. تحليل جهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة

##### 4.4.1 تجهيز عينات للتحليل الكروماتوجرافي

يتم تجهيز نسبة 5 % من محلول العينة بوزن  $0.001 \pm 0.5$  جرام من العينة في قارورة مدرجة بـ 10 مللي لتر والوصول إلى 10 مللي لتر من المادة المذيبة لإجراء الذوبان (4.2.9.).

#### 4.4.2 الإجراء

قم بإعداد نظام التحليل الكروماتوجرافي. قم بضخ المادة المذيبة للاستخلاص (4.2.8) بمعدل 1.5 مللي لتر/دقيقة لتطهير النظام بالكامل. انتظر حتى يتم الوصول إلى خط أساسي ثابت. قم بضخ 10 ميكرو لتر من العينة المجهزة كما في الخطوة 4-3.

#### 4.4.3 حساب النتائج والتعبير عنها

استخدم طريقة تطبيع المناطق بمعنى افتراض أن مجموع مناطق قيم القمم الذي يتوافق مع ثلاثي أسيل الجليسرول TAGs من الرقم الكربوني المكافئ ECN 42 إلى الرقم الكربوني المكافئ ECN 52 مساوياً لنسبة 100 %.

قم بحساب النسبة المئوية النسبية لكل ثلاثي جليسيريد باستخدام المعادلة:  
ثلاثي الجليسيريد بنسبة % = منطقة القمة × 100 / مجموع مناطق القمم.

سيتم تقريب النتائج إلى رقمين عشريين على الأقل.

راجع الملاحظات 1 و2 و3 و4.

#### 4.5 حساب تكوين ثلاثي أسيل الجليسرول (نسبة المولات) من بيانات تكوين الأحماض الدهنية (نسبة المنطقة)

##### 4.5.1 تقدير تكوين الأحماض الدهنية

يتم تقدير تكوين الأحماض الدهنية بواسطة ISO 5508 باستخدام أنبوب شعري. يتم تجهيز إسترات الميثيل وفقاً للقرار COI/T.20/Doc رقم 24.

##### 4.5.2 الأحماض الدهنية للحساب

يتم تجميع الجليسيريدات حسب الرقم الكربوني المكافئ ECN ، مع الأخذ في الاعتبار التكافؤات التالية بين الرقم الكربوني المكافئ ECN والأحماض الدهنية. تم أخذ الأحماض الدهنية التي تحتوي على 16 و18 ذرة كربون في الاعتبار، نظراً لأن هذه الأحماض فقط تشكل أهمية لزيت الزيتون.

الرقم الكربوني المكافئ	الوزن الجزيئي	الاختصار	الحمض الدهني
16	256.4	P	حمض البلمتيك
14	254.4	Po	حمض البلمتوليك
18	284.5	S	حمض الستياريك
16	282.5	O	حمض الأوليك
14	280.4	L	حمض اللينوليك
12	278.4	Ln	حمض اللينولنيك

#### 4.5.3 تحويل نسبة المنطقة إلى مولات لجميع الأحماض الدهنية

$$(1) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\text{area \% Po}}{\text{MW Po}} = \text{مولات Po} \quad \frac{\text{area \% S}}{\text{MW S}} = \text{مولات S} \quad \frac{\text{area \% P}}{\text{MW P}} = \text{مولات P} \\ \frac{\text{area \% Ln}}{\text{MW Ln}} = \text{مولات Ln} \quad \frac{\text{area \% L}}{\text{MW L}} = \text{مولات L} \quad \frac{\text{area \% O}}{\text{MW O}} = \text{مولات O} \end{array} \right.$$

#### 4.5.4 تطبيع الأحماض الدهنية إلى 100%

$$(2) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\text{moles P} * 100}{\text{moles (P + S + Po + O + L + Ln)}} = \text{نسبة مولات P (3,2,1)} \\ \frac{\text{moles S} * 100}{\text{moles (P + S + Po + O + L + Ln)}} = \text{نسبة مولات S (3,2,1)} \\ \frac{\text{moles Po} * 100}{\text{moles (P + S + Po + O + L + Ln)}} = \text{نسبة مولات Po (3,2,1)} \\ \frac{\text{moles O} * 100}{\text{moles (P + S + Po + O + L + Ln)}} = \text{نسبة مولات O (3,2,1)} \\ \frac{\text{moles L} * 100}{\text{moles (P + S + Po + O + L + Ln)}} = \text{نسبة مولات L (3,2,1)} \\ \frac{\text{moles Ln} * 100}{\text{moles (P + S + Po + O + L + Ln)}} = \text{نسبة مولات Ln (3,2,1)} \end{array} \right.$$

تعطي النتيجة النسبة المئوية لكل حمض دهني بنسبة المولات في الموضع الإجمالي (1، 2، 3-) من ثلاثي أسيل الجليسرول TAGs .

ويتم حساب مجموعة الأحماض الدهنية المشبعة P و S (SFA) والأحماض الدهنية غير المشبعة Po و O و Ln و UFA) بعد ذلك:

$$(3) \left\{ \begin{array}{l} \text{نسبة مولات SFA} = \text{نسبة مولات P} + \text{نسبة مولات S} \\ \text{نسبة مولات UFA} = 100 - \text{نسبة مولات SFA} \end{array} \right.$$

#### 4.5.5 حساب تكوين الأحماض الدهنية في الموضع 2- و-3، 1 ثلاثي أسيل الجليسرول

يتم توزيع الأحماض الدهنية على ثلاث مجموعات كما يلي: مجموعتان متطابقتان للموضعين 1- و-3 ومجموعة للموضع 2-، مع معاملات مختلفة للأحماض المشبعة (P و S) وغير المشبعة (Po و O و Ln).

##### 4.5.5.1 الأحماض الدهنية المشبعة في الموضع 2- [P (2) و S (2)]

$$(4) \left\{ \begin{array}{l} \text{نسبة مولات P(2)} = \text{نسبة مولات P(3,2,1)} * 0.06 \\ \text{نسبة مولات S(2)} = \text{نسبة مولات S(3,2,1)} * 0.06 \end{array} \right.$$

##### 4.5.5.2 الأحماض غير المشبعة في الموضع 2- [Po(2) و O(2) و L(2) و Ln(2)]:

$$(5) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\text{moles \% Po(1,2,3)}}{\text{moles \% UFA}} * (100 - \text{moles \% P(2)} - \text{moles \% S(2)}) = \text{نسبة مولات Po(2)} \\ \frac{\text{moles \% O(1,2,3)}}{\text{moles \% UFA}} * (100 - \text{moles \% P(2)} - \text{moles \% S(2)}) = \text{نسبة مولات O(2)} \\ \frac{\text{moles \% L(1,2,3)}}{\text{moles \% UFA}} * (100 - \text{moles \% P(2)} - \text{moles \% S(2)}) = \text{نسبة مولات L(2)} \\ \frac{\text{moles \% Ln(1,2,3)}}{\text{moles \% UFA}} * (100 - \text{moles \% P(2)} - \text{moles \% S(2)}) = \text{نسبة مولات Ln(2)} \end{array} \right.$$

4.5.5.3 الأحماض الدهنية في المواضع 1،3- [P(1,3) و S(1,3) و Po(1,3) و O(1,3) و L(1,3)] و Ln(1,3):

$$(6) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\text{moles \% P(1,2,3)} - \text{moles \% P(2)}}{2} + \text{moles \% P(1,2,3)} = \text{P(1,3) نسبة مولات} \\ \frac{\text{moles \% S(1,2,3)} - \text{moles \% S(2)}}{2} + \text{moles \% S(1,2,3)} = \text{S(1,3) نسبة مولات} \\ \frac{\text{moles \% Po(1,2,3)} - \text{moles \% Po(2)}}{2} + \text{moles \% Po(1,2,3)} = \text{Po(1,3) نسبة مولات} \end{array} \right.$$

$$(6) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\text{moles \% O(1,2,3)} - \text{moles \% O(2)}}{2} + \text{moles \% O(1,2,3)} = \text{O(1,3) نسبة مولات} \\ \frac{\text{moles \% L(1,2,3)} - \text{moles \% L(2)}}{2} + \text{moles \% L(1,2,3)} = \text{L(1,3) نسبة مولات} \\ \frac{\text{moles \% Ln(1,2,3)} - \text{moles \% Ln(2)}}{2} + \text{moles \% Ln(1,2,3)} = \text{Ln(1,3) نسبة مولات} \end{array} \right.$$

4.5.6 حساب ثلاثي أسيل الجليسرول

4.5.6.1 ثلاثي أسيل الجليسرول مع حمض دهني واحد (AAA، LLL، هنا، PoPoPo)

$$(7) \left\{ \frac{\text{moles \% A(1,3)} * \text{moles \% A(2)} * \text{moles \% A(1,3)}}{10,000} = \text{AAA نسبة مولات} \right.$$

#### 4.5.6.2 ثلاثي أسيل الجليسرول مع حمضين دهنيين (AAB، PoPoL، هنا، PoLL)

$$(8) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\text{moles \% A(1,3)} * \text{moles \% A(2)} * \text{moles \% B(1,3)} * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات AAB} \\ \frac{\text{moles \% A(1,3)} * \text{moles \% B(2)} * \text{moles \% A(1,3)}}{10,000} = \text{نسبة مولات ABA} \end{array} \right.$$

#### 4.5.6.3 ثلاثي أسيل الجليسرول مع ثلاثة أحماض دهنية مختلفة (ABC، OLLn، هنا، PLLn، PoOLn (PPoLn)

$$(9) \left\{ \begin{array}{l} \frac{\text{moles \% A(1,3)} * \text{moles \% B(2)} * \text{moles \% C(1,3)} * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات ABC} \\ \frac{\text{moles \% B(1,3)} * \text{moles \% C(2)} * \text{moles \% A(1,3)} * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات BCA} \\ \frac{\text{moles \% C(1,3)} * \text{moles \% A(2)} * \text{moles \% B(1,3)} * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات CAB} \end{array} \right.$$

#### 4.5.6.4 ثلاثي أسيل الجليسرول بالرقم الكربوني المكافئ ECN42

يتم حساب ثلاثي أسيل الجليسرول بالرقم الكربوني المكافئ ECN42 وفقاً للمعادلات رقم 7 و8 و9، ويتم ترتيبها في فئة المستخلص المتوقع في جهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة (عادةً ثلاث قمم فقط).

LLL

PoLL والمتزامر الموضعي LPoL

OLLn والمتزامر الموضعي LnOL وOLnL

PoPoL والمتزامر الموضعي PoLPo

PoOLn والمتزامر الموضعي OPoLn وOLnPo

PLLn والمتزامر الموضعي LnPL وLLnP

PoPoPo

SLnLn والمتزامر الموضعي LnSLn

PPoLn والمتزامر الموضعي PLnPo وPoPLn

يتم تحديد ثلاثي أسيل الجليسرول بالرقم الكربوني المكافئ ECN42 من خلال إجمالي مجموعة مكونة من تسعة ثلاثي أسيل الجليسرول بما في ذلك المتزامرات الموضوعية الخاصة بها. سيتم تقريب النتائج إلى رقمين عشريين على الأقل.

## 5. تقييم النتائج

تتم مقارنة المحتوى النظري المحسوب والمحتوى المقدر بواسطة تحليل جهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة. إذا كان ناتج طرح البيانات المختلفة لجهاز التحليل الكروماتوجرافي عالي الكفاءة من البيانات النظرية أكبر من القيم المذكورة لفئة الزيت الصحيحة في القاعدة، فإن العينة تحتوي على زيت بذور. يتم تقريب النتائج إلى رقم عشري واحد.

## 6. مثال (تشير الأرقام إلى الفقرات في نص الطريقة)

### 4.5.1 - حساب نسبة المولات في الأحماض الدهنية من بيانات GLC (نسبة المنطقة)

يتم الحصول على البيانات التالية من تكوين الأحماض الدهنية بواسطة GLC:

Ln	L	O	Po	S	P	FA
278.4	280.4	282.5	254.4	284.5	256.4	MW
1.0	10.0	75.0	1.0	3.0	10.0	نسبة المنطقة

4.5.3 - تحويل نسبة المنطقة إلى مولات لجميع الأحماض الدهنية

راجع المعادلة (1)

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{10}{256.4} = 0.03900 \text{ moles P} = \text{مولات P} \\ \frac{3}{284.5} = 0.01054 \text{ moles S} = \text{مولات S} \\ \frac{1}{254.4} = 0.00393 \text{ moles Po} = \text{مولات Po} \\ \frac{75}{282.5} = 0.26549 \text{ moles O} = \text{مولات O} \\ \frac{10}{280.4} = 0.03566 \text{ moles L} = \text{مولات L} \\ \frac{1}{278.4} = 0.003594 \text{ moles Ln} = \text{مولات Ln} \end{array} \right.$$

$$\text{الإجمالي} = 0.35822 \text{ مول من ثلاثي أسيل الجليسرول}$$

#### 4.5.4 - تطبيع الأحماض الدهنية إلى 100%

راجع المعادلة (2)

$$\left. \begin{aligned} \frac{0.03900 \text{ moles P} * 100}{0.35822 \text{ moles}} &= 10.888\% = \text{نسبة مولات (3,2,1)P} \\ \frac{0.01054 \text{ moles S} * 100}{0.35822 \text{ moles}} &= 2.944\% = \text{نسبة مولات (3,2,1)S} \\ \frac{0.00393 \text{ moles Po} * 100}{0.35822 \text{ moles}} &= 1.097\% = \text{نسبة مولات (3,2,1)Po} \\ \frac{0.26549 \text{ moles O} * 100}{0.35822 \text{ moles}} &= 74.113\% = \text{نسبة مولات (3,2,1)O} \\ \frac{0.03566 \text{ moles L} * 100}{0.35822 \text{ moles}} &= 9.956\% = \text{نسبة مولات (3,2,1)L} \\ \frac{0.00359 \text{ moles Ln} * 100}{0.35822 \text{ moles}} &= 1.003\% = \text{نسبة مولات (3,2,1)Ln} \end{aligned} \right\}$$

إجمالي نسبة المولات = 100.0%

إجمالي الأحماض الدهنية المشبعة وغير المشبعة في الموضع 1،2،-3 ثلاثي أسيل الجليسرول:

راجع المعادلة (3)

$$\left\{ \begin{aligned} \text{نسبة مولات SFA} &= 10.888\% + 2.944\% = 13,831\% \\ \text{نسبة مولات UFA} &= 100.000\% - 13.831\% = 86,169\% \end{aligned} \right.$$

4-5-5 - حساب تكوين الأحماض الدهنية في الأوضاع 2- و-1,3 ثلاثي أسيل الجليسرول

4-5-5-1 - الأحماض الدهنية المشبعة في الموضع 2- [P(2) وS(2)]

راجع المعادلة (4)

$$\left\{ \begin{aligned} \text{نسبة مولات P(2)} &= 10.888\% * 0.06 = 0.653 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات S(2)} &= 2.944\% * 0.06 = 0.177 \text{ مول } \% \end{aligned} \right.$$

**4-5-5-2 - الأحماض غير المشبعة في الموضع 2- [Ln(1.3) و L(1.3) و O(1.3) و Po(1.3)]**

راجع المعادلة (5)

$$\begin{aligned} \text{نسبة مولات Po(2)} &= \frac{1.097\%}{86.169\%} * (0.177-0.659--100) = 1.263 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات O(2)} &= \frac{74.113\%}{86.169\%} * (0.177-0.659--100) = 85.295 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات L(2)} &= \frac{9.956\%}{86.169\%} * (0.177-0.659--100) = 11.458 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات Ln(2)} &= \frac{1.003\%}{86.169\%} * (0.177-0.659--100) = 1.154 \text{ مول } \% \end{aligned}$$

**4.5.5.3 - الأحماض الدهنية في الموضع 1-3، [Ln(1,3) و P(1,3) و S(1,3) و Po(1,3) و O(1,3) و L(1,3)]**

راجع المعادلة (6)

$$\begin{aligned} \text{نسبة مولات P(1.3)} &= \frac{10.888-0.659}{2} + 10.888 = 16.005 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات S(1.3)} &= \frac{2.944-0.177}{2} + 2.944 = 4.327 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات Po(1.3)} &= \frac{1.097-1.263}{2} + 1.097 = 1.015 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات O(1.3)} &= \frac{74.113-85.295}{2} + 74.113 = 68.522 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات L(1.3)} &= \frac{9.956-11.458}{2} + 9.956 = 9.205 \text{ مول } \% \\ \text{نسبة مولات Ln(1.3)} &= \frac{1.003-1.154}{2} + 1.003 = 0.927 \text{ مول } \% \end{aligned}$$

## 4.5.6 - حساب ثلاثي أسيل الجليسرول

من تكوين الأحماض الدهنية المحسوب في المواضع -sn-2 و -sn-1، -3:

الموضع -2	الموضعان 1، -3	FA في
0.653%	16.005%	P
0.177%	4.327%	S
1.263%	1.015%	Po
85.295%	68.522%	O
11.458%	9.205%	L
1.154%	0.927%	Ln
100.0%	100.0%	المجموع

يتم حساب ثلاثي أسيل الجليسرول التالي:

LLL

PoPoPo

PoLL مع متزامر موضعي واحد

SLnLn مع متزامر موضعي واحد

PoPoL مع متزامر موضعي واحد

PPoLn مع متزامرين موضعيين

OLLn مع متزامرين موضعيين

PLLn مع متزامرين موضعيين

PoOLn مع متزامرين موضعيين

4.5.6.1 -ثلاثي أسيل الجليسرول مع حمض دهني واحد (PoPoPo ،LLL) راجع المعادلة (7)

$$\underline{\text{مولات LLL 0.09708}} = \frac{9.205\% * 11.458\% * 9.205\%}{10,000} = \text{نسبة مولات LLL}$$

$$\underline{\text{مولات PoPoPo 0.00013}} = \frac{1.15\% * 1.263\% * 1.015\%}{10,000} = \text{نسبة مولات PoPoPo}$$

4.5.6.2 -ثلاثي أسيل الجليسرول مع حمضين دهنيين (PoPoL ،SLnLn ،PoLL) راجع المعادلة (8)

$$0.02141 = \frac{1.015\% * 11.458\% * 9.205\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LLPo+PoLL}$$

$$0.01070 = \frac{9.205\% * 1.263\% * 9.205\%}{10,000} = \text{نسبة مولات LPoL}$$

PoLL مولات 0.03211

$$0.00093 = \frac{4.327\% * 1.154\% * 0.927\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LnLnS+SLnLn}$$

$$0.00002 = \frac{0.927\% * 0.177\% * 0.927\%}{10,000} = \text{نسبة مولات LnSLn}$$

SLnLn مول 0.00095

$$0.00236 = \frac{1.015\% * 1.263\% * 9.205\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LPoPo+PoPoL}$$

$$0.00118 = \frac{1.015\% * 11.458\% * 1.015\%}{10,000} = \text{نسبة مولات PoLPo}$$

PoPoL مول 0.00354

**4.5.6.3 -ثلاثي أسيل الجليسرول مع ثلاثة دهنية مختلفة (PoOLn، PLLn ،OLLn،PoPLn) راجع المعادلة (9)**

$$0.00375 = \frac{16.005\% * 1.263\% * 0.927\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات PPOln}$$

$$0.00012 = \frac{0.927\% * 0.653\% * 1.015\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LnPPo}$$

$$0.00375 = \frac{1.015\% * 1.154\% * 16.005\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات PoLnP}$$

**مول PPOln 0.00762**

$$0.14577 = \frac{68.522\% * 11.458\% * 0.927\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات OLLn}$$

$$0.14577 = \frac{0.927\% * 85.295\% * 9.205\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LnOL}$$

$$0.14577 = \frac{9.205\% * 1.154\% * 68.522\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LLnO}$$

**مول OLLn 0.43671**

$$0.03400 = \frac{16.005\% * 11.458\% * 0.927\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات PLLn}$$

$$0.00111 = \frac{0.927\% * 0.653\% * 9.205\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LnPL}$$

$$0.03400 = \frac{9.205\% * 1.154\% * 16.005\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LLnP}$$

**مول PLLn 0.6911**

$$0.01605 = \frac{1.015\% * 85.295\% * 0.927\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات PoOLn}$$

$$0.01605 = \frac{0.927\% * 1.263\% * 68.522\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات LnPoO}$$

$$0.01605 = \frac{68.522\% * 1.154\% * 1.015\% * 2}{10,000} = \text{نسبة مولات OLnPo}$$

**PoOLn مول 0.04815**

**ECN42 = مول ثلاثي أسيل الجليسروول 0.69540**

**ملاحظة 1:** يمكن تحديد ترتيب المستخلص بحساب الأرقام الكربونية المكافئة، غالبًا ما يتم تحديدها بالعلاقة  $ECN = CN - 2n$ ، حيث  $CN$  الرقم الكربوني و  $n$  عدد الروابط المزدوجة، ويمكن حسابه بدقة أكثر بالأخذ في الاعتبار أصل الرابطة المزدوجة. إذا كانت  $n_o$  و  $n_l$  و  $n_{ln}$  تمثل أعداد الروابط المزدوجة المرتبطة بأحماض الأوليك واللينوليك واللينولينيك على التوالي، فيمكن حساب الرقم الكربوني المكافئ عن طريق رابطة المعادلة:

$$EN = CN - d_o n_o - d_l n_l - d_{ln} n_{ln}$$

حيث يمكن حساب المعامل  $d_o$  و  $d_l$  و  $d_{ln}$  عن طريق ثلاثي جليسريد المرجع. بموجب الظروف المحددة في هذه الطريقة، سيتم تقريب العلاقة التي تم الوصول إليها إلى:

$$ECN = CN - (2.60 n_o) - (2.35 n_l) - (2.17 n_{ln})$$

**ملاحظة 2:** مع وجود العديد من ثلاثي جليسريد المرجع، يمكن أيضًا حساب المحلول فيما يتعلق بثلاثي الأولين:

$$RT / RT^1 = \alpha$$

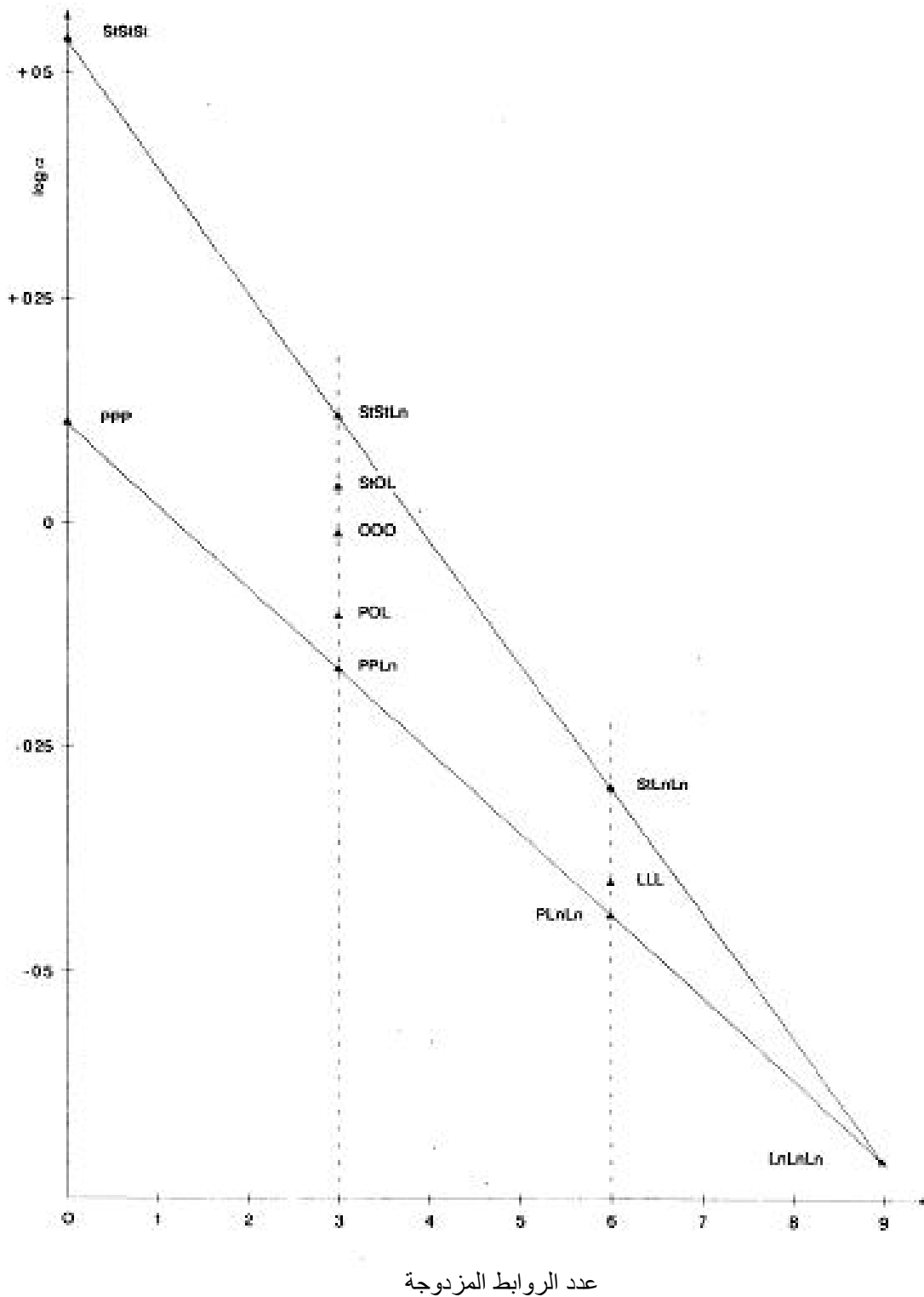
باستخدام وقت احتباس منخفض  $RT - RT = RT^1$  مادة مذبية

يُتيح للرسم البياني للوغاريتم  $\alpha$  في مقابل  $f$  (عدد الروابط المزدوجة) تحديد قيم الاحتباس لجميع ثلاثي الجليسيريد للأحماض الدهنية الموجودة في ثلاثي جليسيريد المرجع – راجع الشكل رقم 1.

ملاحظة 3: ينبغي أن تتيح كفاءة الأنبوب الفصل الواضح لقمة ثلاثي اللينوين من قمم ثلاثي الجليسيريد مع وقت احتباس RT قريب. يتم تنفيذ المستخلص إلى قمة الرقم الكربوني المكافئ ECN 52.

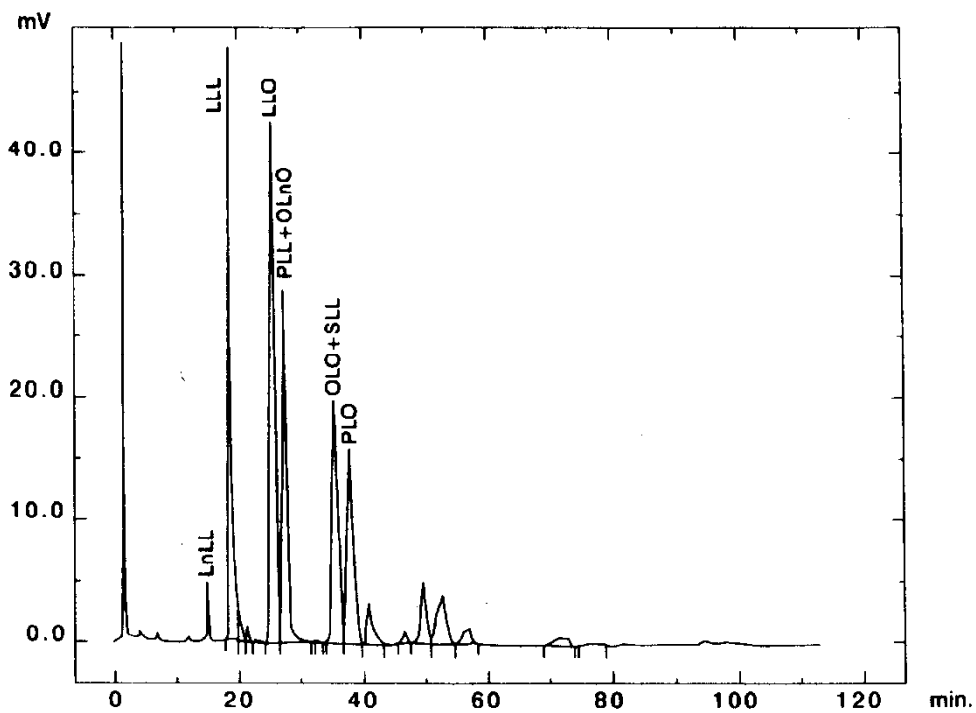
ملاحظة 4: يتم تأكيد القياس الصحيح لمناطق جميع القمم ذات الأهمية للتقدير الحالي إذا كانت القمة الثانية المتوافقة مع الرقم الكربوني المكافئ ECN 50 هي 50 % من إجمالي المسجل.

الشكل رقم 1: الرسم البياني للوغاريتم  $\alpha$  في مقابل  $f$  (عدد الروابط المزدوجة)

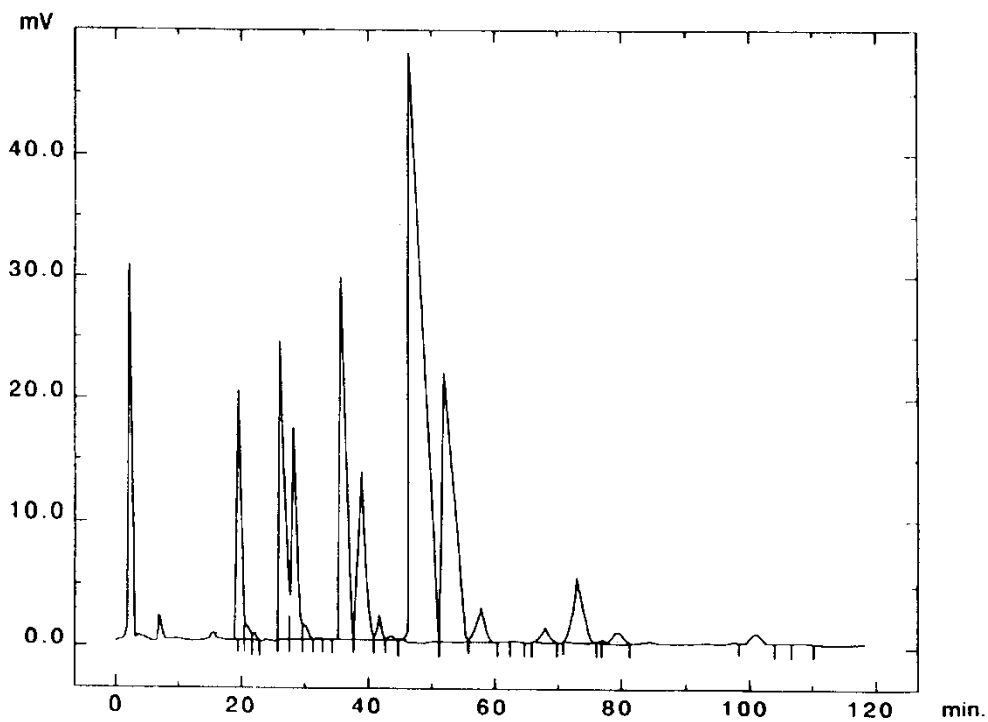


La: حمض اللوريك؛ My: حمض الميريك، P: حمض البالمتيك، St: حمض الستيريك، O: حمض الأوليك؛ L: حمض اللينوليك؛ Ln: حمض اللينوليك

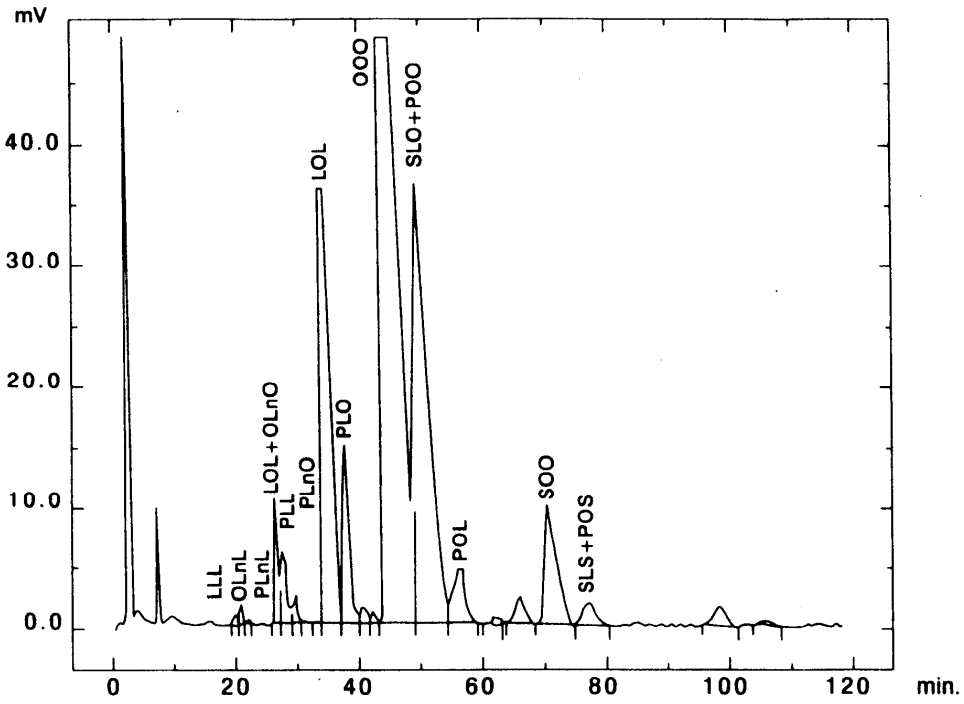
الشكل رقم 2: زيت الصويا



الشكل رقم 3: زيت الصويا/زيت الزيتون 70/30



الشكل رقم 4: زيت الزيتون



## القيم الدقيقة للطريقة

### 1. تحليل نتائج الاختبار التعاوني

يتم الحصول على القيم الدقيقة للطريقة في الجدول أدناه.

ساهم تسعة عشر مختبرًا تحمل إقرارًا من المجلس الدولي للزيتون حينئذٍ في الاختبار التعاوني الذي تم تنظيمه تحت إشراف الأمانة التنفيذية في عام 1999. وكانت هذه المختبرات تنتمي إلى ثماني دول.

وقم تم إجراء الاختبار على خمس عينات تتمثل فيما يلي:

- أ: زيت زيتون بكر ممتاز  
ب: زيت زيتون بكر + زيت عباد شمس مكرر  
ج: زيت زيتون بكر + زيت ثقل زيتون مكرر  
د: زيت زيتون بكر + زيت فول صويا مكرر + زيت عباد شمس مكرر  
هـ: زيت زيتون مكرر + زيت ثقل زيتون مكرر + زيت فول صويا مكرر + زيت زيتون بكر وقادي

وقد تمت معالجة نتائج الاختبار التعاوني الذي نظّمته الأمانة التنفيذية للمجلس الدولي للزيتون إحصائيًا وفقًا للقواعد الموضوعة في القواعد الدولية ISO 5725 دقة (الأمانة والإتقان) طرق القياس والنتائج. وتم فحص العناصر الشاذة بإجراء اختبار "كوكران" و"جرباس" على النتائج المعملية لكل تقدير (مع تكرار الخطوتين أ وب) وعلى كل عينة.

يسرد الجدول ما يلي:

n	عدد المختبرات المشاركة
القيم الشاذة	عدد المختبرات ذات القيم المتطرفة
المتوسط	متوسط النتائج المقبولة
r	القيمة التي ربما من المتوقع أن يحدث تحتها الاختلاف المطلق بين نتيجتي اختبار مستقل واحد تم الوصول إليهما بنفس الطريقة على مواد اختبار متماثلة في نفس المختبر وبواسطة نفس العامل باستخدام نفس المعدات خلال فترات زمنية فاصلة قصيرة بنسبة احتمال تبلغ 95 %
s <sub>r</sub>	الانحراف المعياري للتكرار
RDS <sub>r</sub> (%)	معامل تكرار الاختلاف ( $S_r \times 100 / \text{المتوسط}$ )
R	القيمة التي ربما من المتوقع أن يحدث تحتها الاختلاف المطلق بين نتيجتي اختبار مستقل واحد تم الوصول إليهما بنفس الطريقة على مواد اختبار متماثلة في مختبرات مختلفة وبواسطة عاملين مختلفين باستخدام معدات مختلفة بنسبة احتمال تبلغ 95 %

**R<sub>S</sub>** الانحراف المعياري لإعادة الإنتاج  
**RDS<sub>R</sub> (%)** معامل إعادة إنتاج الاختلاف ( $S_R \times 100$ /المتوسط)

الاختلاف بين المحتوى الفعلي والنظري لثلاثي الجليسريد بالرقم الكربوني المكافئ ECN 42

هـ	د	ج	ب	أ	
19	19	19	19	19	<b>n</b>
3	0	0	0	1	القيم الشاذة
0.82	0.18	0.04	1.66	0.04	المتوسط
0.11	0.11	0.09	0.12	0.08	<b>r</b>
0.041	0.04	0.03	0.04	0.02	<b>Sr</b>
5.07	22.51	76.11 (غير مهم)	2.77	82.24 (غير مهم)	<b>(%)RSDr</b>
0.24	0.22	0.16	0.25	0.12	<b>R</b>
0.08	0.08	0.05	0.09	0.05	<b>R<sub>S</sub></b>
10.85	46.19	132.17 (غير مهم)	5.42	127.56 (غير مهم)	<b>(%)R<sub>RSD</sub></b>

## 2. المراجع المعيارية

دقة (الأمانة والإتقان) طرق القياس والنتائج – الجزء 1: المبادئ العامة والتعريفات	1994:ISO 5725-1
دقة (الأمانة والإتقان) طرق القياس والنتائج – الجزء 2: الطريقة الرئيسية لتقدير قابلية التكرار وإعادة الإنتاج لطريقة قياس معيارية	1994:ISO 5725-2
دقة (الأمانة والإتقان) طرق القياس والنتائج – الجزء 5: طرق بديلة لتقدير دقة طريقة قياس معيارية	1994:ISO 5725-5
دقة (الأمانة والإتقان) طرق القياس والنتائج – الجزء 6: أهمية استخدام القيم الدقيقة	1994:ISO 5725-6

## برنامج الكمبيوتر