

三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯固体脂肪含量标准物质的研制及定值方法



蒲成¹, 程芳², 王苗苗¹, 任玲玲¹

1. 中国计量科学研究院, 北京 100029

2. 中国计量大学, 杭州 310018

【摘要】 固体脂肪含量是描述可可脂、人造黄油等油脂的重要质量指标。低场核磁共振法由于具有简单、快速、无需化学试剂等优点, 已逐渐成为测量固体脂肪含量的主流手段。低场核磁共振直接法是一种相对测量方法, 需要使用三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物对仪器进行校准、溯源。本文介绍了低场核磁共振及测量固体脂肪含量的原理, 研究了三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物的固体脂肪含量的定值溯源路径, 研究了其在不同温度下的稳定性, 分析了混合油管在不同温度条件下测量不准确的原因, 并最终确定了标准物质的定值方法与温度。

【关键词】 固体脂肪含量; 低场核磁共振; 三油酸甘油酯; 三硬脂酸甘油酯; 标准物质

DOI: 10.12338/j.issn.2096-9015.2021.0605

【引用本文】 蒲成, 程芳, 王苗苗, 等. 三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯固体脂肪含量标准物质的研制及定值方法 [J]. 计量科学与技术, 2023, 67(1): 16-22.

Development and Determination of Reference Material for Glycerol Trioleate/Glycerol Tristearate Solid Fat Content

PU Cheng¹, CHENG Fang², WANG Miaomiao¹, REN Lingling¹

1. National Institute of Metrology, Beijing 100029, China

2. China Jiliang University, Hangzhou 310018, China

【Abstract】 Solid fat content (SFC) is an important quality indicator for describing fats and oils, such as cocoa butter and margarine. Low-field nuclear magnetic resonance (NMR) has become the mainstream method for measuring SFC due to its simplicity, speed, and lack of chemical reagents. The low-field NMR direct method is a relative measurement method that requires calibration and traceability of the instrument using a mixture of glycerol trioleate and glycerol tristearate. This paper introduces the principles of low-field NMR and SFC measurement, studies the traceability path of SFC for the glycerol trioleate/glycerol tristearate mixture, investigates its stability at different temperatures, analyzes the reasons for inaccurate measurement of mixed oil tubes at different temperature conditions, and finally determines the calibration method and temperature of the reference materials.

【Key words】 solid fat content, low-field nuclear magnetic resonance, glycerol trioleate, glycerol tristearate, reference material

0 引言

固体脂肪含量(Solid Fat Content, SFC)是指在一定温度下表现为固体的脂肪的质量含量, 其量值可以反映油脂食品在不同温度下的熔融及硬度性能, 而这些指标对口感、香味及涂抹性能都有很大的影响^[1-2]。SFC已经成为衡量新型油脂商品质量的重要指标。

SFC的测量方法很多, 自低场核磁共振法(Low Field Nuclear Magnetic Resonance, LFNMR)出现以来, SFC的传统测量方法已经被逐渐抛弃。低场核磁共振直接法由于具有简单、快速、灵敏度高、操作简单、无需化学试剂等优点, 被广泛应用于食品脂肪的快速检测^[3-4]。但低场核磁共振直接法不是绝对测量方法, 且对环境温度与仪器状态很敏感, 因

基金项目: 中国计量科学研究院基本科研业务费项目(AKYZZ2024)。

作者简介: 蒲成(1995-), 中国计量科学研究院研究实习员, 研究方向: 高分子材料分子量计量、材料计量等, 邮箱: pucheng@nim.ac.cn。

此在每次使用前都需要使用标准物质对仪器进行有效校准, 否则测量结果会出现较大偏差^[4-6]。目前国际通用解决方法是使用三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物对仪器进行校准、溯源^[7]。

本文介绍了三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物固体脂肪含量标准物质的研制、溯源及定值过程, 解决了目前国内固体脂肪含量测量无有证标准物质的问题。

1 固体脂肪含量测量方法

SFC 主要的测量方法有四种: 线膨胀法、差示扫描量热法(DSC)、低场核磁共振间接法和低场核磁共振直接法。

线膨胀法参考 AOCS cd10-57, 利用膨胀系数不同测量 *SFC*。该方法使用的是经验公式, 测量准确度不高, 且操作繁琐, 对测量人员要求很高, 现已基本弃用^[8-9]。

DSC 通过测量固体脂肪的熔融焓, 与标准值进行对比计算, 从而得出 *SFC*。由于固体脂肪多为混合物, 批次间混合物组分含量难以确定, 导致标准值不准确。甘油三酯存在同质多晶现象, 难以准确测量积分面积。此方法测量时间长, 单一样品需要数个小时的测量时间才能获得 *SFC* 数值^[10-11]。

自从低场核磁共振技术被应用于 *SFC* 的测量, 现已逐渐成为 *SFC* 测量最主流的方法。低场核磁共振法分为间接法和直接法, 其中低场核磁共振间接法通过直接测量固体脂肪熔融与凝固时的信号值来计算 *SFC*, 此方法测量结果较为准确, 但是标准物质样品不易购买且需要经常更换, 操作繁琐, 测量成本高^[1]。

低场核磁共振直接法是目前最主流的 *SFC* 测量方法。低场核磁共振直接法通过测量固体脂肪不同弛豫时间下的信号强度, 并用数学模型模拟计算, 得出对应的 *SFC*。由于仪器限制, 理论值与实际值之间存在一定偏差, 在实际测量时需要使用标准物质将仪器量值溯源至三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯的纯物质混合物的 *SFC*。低场核磁共振直接法可以为食品生产厂家提供参考, 优化生产条件, 保证食品批次间的质量稳定性。

2 低场核磁共振直接法测量固体脂肪含量

2.1 低场核磁共振直接法测量原理

低场核磁共振不同于高场核磁共振, 磁场强度一般在 1T 以下, 永磁体就可以满足设备需求而不需要昂贵的维护与环境成本。低场核磁共振法的测

量原理是先使原子核发生共振并处在高能状态, 再撤去射频脉冲, 记录其恢复的弛豫过程, 当分子处在不同相态时弛豫时间会有较大差别, 通过数学模型计算得到最终 *SFC* 的结果。

2.2 数学模型

对于低场核磁共振直接法测量 *SFC*, 固体脂肪与液体脂肪在撤去磁场后, 磁化矢量信号都会随时间衰减, 如图 1 所示。固液两种相态的脂肪衰减速率相差很大, 其中固体脂肪的衰减速度很快, 在撤去磁场后迅速衰减, 一般认为在 70 μs 时固体脂肪的信号就已经衰减完全; 液体脂肪的衰减速度相对较慢, 一般认为在 70 μs 时液体脂肪的衰减量可以忽略不计^[3]。根据这个特点, 可以通过测量刚刚撤去磁场时的磁化矢量信号(固体加液体的总信号)与衰减 70 μs 时的磁化矢量信号(液体信号)计算出 *SFC*。磁化矢量信号正比于质子数, 因此 *SFC* 可以用式(1)表示。

$$SFC = \frac{\text{固体信号强度}}{\text{固体+液体总信号强度}} \quad (1)$$

由于仪器限制, 低场核磁共振仪无法做到在撤去磁场时立刻测量信号, 经过几微秒的死时间后测得信号首点时, 磁化矢量信号已经经过了一定的衰减。当认为弛豫初始阶段为线性衰减时, 引入一个校正因子 *f*, 规定测量 11 μs 的信号强度为 *S*₁, 70 μs 的信号强度为 *S*₂, *SFC* 可用式(2)表示。

$$SFC = \frac{f(S_1 - S_2)}{f(S_1 - S_2) + S_2} \quad (2)$$

理论上, 纯液体脂肪在撤去磁场的一段时间内信号几乎没有衰减, 其信号强度应为常数。但实际测量纯液体脂肪时, 由于仪器稳定性等因素的影响, 信号强度仍会有少量漂移, 需要对纯液体样品信号强度进行测量以消除仪器漂移带来的实验误差。将测量纯液体样品时 11 μs 的测量信号强度与 70 μs 的测量信号强度差值定义为 Δ*S*, 这一数值可以被认为是 11 μs 与 70 μs 的信号强度漂移量。*SFC* 的计算公式可以进一步修正为式(3)。

$$SFC = \frac{f(S_1 - S_2 - \Delta S)}{f(S_1 - S_2 - \Delta S) + S_2} \quad (3)$$

3 标准物质候选物

根据美国油脂化学会(AOCS)标准、国际标准化组织(ISO)标准与国家标准^[12-16], 固体脂肪含量标准物质量值溯源至三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油

酯混合物的质量。三油酸甘油酯, 化学式 $C_{57}H_{104}O_6$, 熔点为 $-5^{\circ}C$, 在室温下为液态; 三硬脂酸甘油酯, 化学式 $C_{57}H_{110}O_6$, 熔点为 $70^{\circ}C$, 在室温下为固态。

二者氢质子密度十分接近, 是理想的溯源量传物质。三油酸甘油酯、三硬脂酸甘油酯化学结构如图 2 所示。

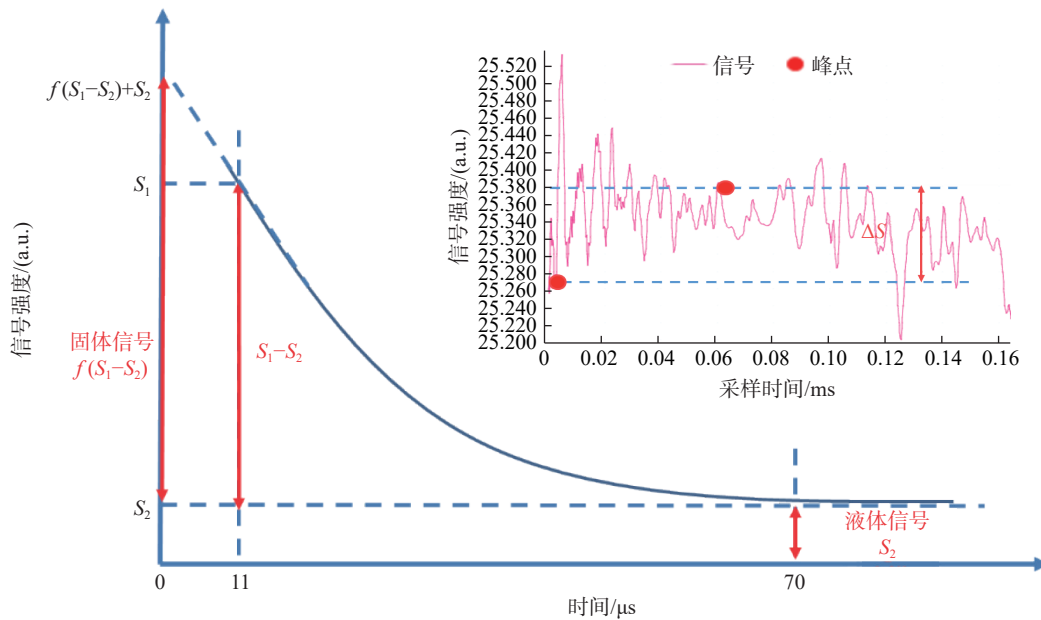


图 1 低场核磁共振单次 90° 射频脉冲后脂肪样品磁化矢量信号衰减示意图

Fig.1 Diagram illustrating the attenuation of magnetization vector signal from a fat sample after a single 90° RF pulse in low-field nuclear magnetic resonance (LFNMR)

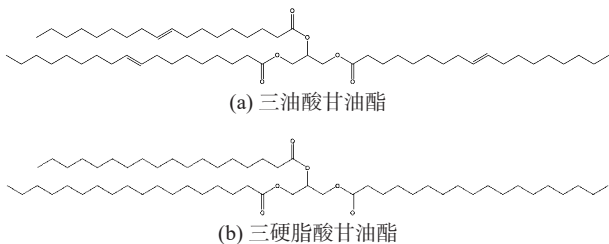


图 2 化学结构示意图

Fig.2 Chemical structure diagram

使用纯油脂有一定的局限性: 1) 甘油三酯在加热、光照等条件下很容易被氧化, 不能长期保存; 2) 测量前处理操作繁琐, 每一步都可能对结果产生影响; 3) 定标过程反复施加射频脉冲, *SFC* 会发生改变。

为了解决这些问题, 国际通用解决方法是将 *SFC* 校准溯源至三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物制成的塑料/油 (plastic-in-oil) 管。塑料/油管是一种更稳定、可以长期保存和测量, 且操作过程不会对测量结果产生影响的物质, 更适合作为标准物质候选物使用。

塑料/油管标准物质候选物结构如图 3 所示, 其中蓝色部分为油, 白色部分为塑料。通过精密加工, 使测量范围内油与塑料相对含量维持为定值, 不受

测量角度影响。塑料与油的化学性质稳定, 不存在变质问题; 混合物组成稳定, 经实验验证, 其校正因子 *f* 不会随温度等因素发生变化, 定标过程多次重复测量对其没有影响。

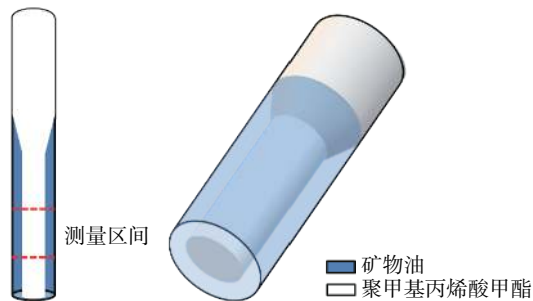


图 3 标准物质候选物结构示意图

Fig.3 The structure of the reference material candidate

将塑料/油管的量值溯源至三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物的 *SFC* 后, 其值不受外界环境的影响, 只受仪器自身的稳定性影响, 这一优点可以用来校准仪器参数。

由于测量时需要先用纯液体样品测量仪器基线, 标准物质的量值不能为 0, 因此选用 *SFC* 名义值 30% 的塑料/油管 (B 管) 与 70% 的塑料/油管 (C 管) 作

为标准物质候选物,0% 的纯油管(A 管)为参考管。

值得注意的是,低场核磁共振直接法简化了撤去磁场后初始阶段的变化过程,实际情况比数学模型中的更为复杂。不同油脂样品的 *SFC* 随温度的衰减过程是不一样的,当测量除三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物以外的样品时,得到的数据不是油脂混合物中 *SFC* 的真值,但使用固体脂肪含量标准物质校准过的仪器的状态是相同的,可以为利用低场核磁共振直接法测量 *SFC* 提供准确可靠的质量控制。

4 实验

4.1 主要试剂

三油酸甘油酯(Sigma-Aldrich, 纯度 ≥ 99%), 三硬脂酸甘油酯(Sigma-Aldrich, 纯度 ≥ 99%)。

4.2 实验设备

低场核磁共振仪(苏州纽迈), DC-0506 低温恒温槽(舜宇横平), DH100-1 干式恒温器(瑞诚仪器), XP205 十万分之一天平(梅特勒托利多), EURO-STAR 20 顶置式搅拌器(IKA), 低场核磁共振管(苏州纽迈)。

4.3 塑料/油管的制备

使用已溯源至 E2 等级砝码组标准装置的十万分之一天平分别称量 4 根不同含量三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物的塑料/油管,并计算其 *SFC*。

在 85°C 水浴条件下充分搅拌使混合物完全熔融,在液体状态下转移至核磁管 4 cm 高度处(参照 AOCS 标准与实际情况),此高度可保证混合物能充满仪器测量范围,且低于水浴槽高度 1 cm 以上。

标准物质溯源过程使用了 4 根不同脂肪含量的溯源管(参照 AOCS 标准、ISO 标准与实际情况),*SFC* 名义值 30%、45%、55%、70% 的管分别命名为管 1、管 2、管 3、管 4。

4.4 样品前处理及测量

参考 AOCS 标准、ISO 标准与国家标准,三种标准对样品前处理的描述基本相同。标准物质候选物量值稳定,可以进行 12 次射频处理以增强信号值;塑料/油管经过多次射频处理后部分固体会发生熔化并导致测量结果发生变化,因此只重复进行 3 次射频处理。参考国内外标准,最终采用的前处理及测量方法如下:

1) 配制 4 种不同 *SFC* 含量的混合油管,使用重量法对其量值进行确定;

2) 将混合油管放入 100°C 金属浴中 15 min 使

其充分熔融;

3) 间隔 1 min, 逐根转移混合油管至 60°C 水浴槽中,进行 15 min 初始温度平衡;

4) 间隔 1 min, 逐根转移混合油管至 0°C 水浴槽中,进行 1 h 结晶过程;

5) 间隔 1 min, 快速擦干水分并进行固体脂肪含量测量(重复时间 2 s, 重复 3 次), 分别求出 4 个校正因子 f_i 并对其求平均得到 \bar{f} ;

6) 使用纯液体参考管 A 管校准仪器的基线漂移,用上述相同测量方法对标准物质候选物 B 管与 C 管进行测量(重复时间 2 s, 重复 12 次);

7) 利用 \bar{f} 计算标准物质候选物的 *SFC* 值;

8) 由两名实验人员分别重复步骤 1 ~ 4 测量 6 次,共计测量 12 次,计算标准物质候选物的 *SFC* 平均值。

5 结果与讨论

5.1 混合油管的均匀性

纯油脂的粘度比较大,简单搅拌不能保证混合的均匀性。若混合不均匀,冷却析出时会出现三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物相分离的情况,且测量区的固体脂肪含量会与理论配制值不同。为了保证测量的均匀性,使用顶置式搅拌器对样品充分搅拌。

使用低场核磁共振仪对同一根样品测量 12 次,验证其均匀性,结果如表 1 所示。其中管 2 与管 4,管 2 与管 3 的平均 *SFC* 都在 50% 左右,最大程度上减少了不同 *SFC* 溯源管之间 f 值的不同带来的误差。

表 1 塑料/油管的均匀性
Tab.1 The homogeneity of the plastic-in-oil tube

	管1	管2	管3	管4
平均 <i>SFC</i>	28.0%	43.3%	56.0%	72.0%
标准偏差	0.2%	0.2%	0.2%	0.1%

5.2 标准物质候选物的温度稳定性

低场核磁共振测量的是氢质子的弛豫信号,而弛豫信号与温度可能具有一定的相关性,经过验证在不同温度下测量的油脂混合物 *SFC* 含量会有差异。为验证标准物质候选物的温度稳定性,测量了从 0°C ~ 28°C 不同温度下的固体脂肪含量,使用式(3)进行计算,结果如图 4 所示。

根据 ISO Guide 35:2006,采用趋势分析的方法来验证标准物质候选物的温度稳定性。稳定性研究数据评估的第一步是检查所观测数据是否有趋势性变化,即比较 b_1 与 $t_{0.95,n-2}(n=8)$ 的大小。将 *SFC* 随温度变化的数据进行线性拟合,得到数据进行线性

拟合,得到 $|b_1| < t_{0.95,6} \cdot s(b_1)$ 。其中 $|b_1|$ 为拟合直线斜率, $t_{0.95,6}$ 为置信概率95%、测量次数 $n=8$ 时的置信度, $s(b_1)$ 为标准偏差。拟合结果说明斜率不明显,在测量温度范围内固体脂肪含量量值稳定。

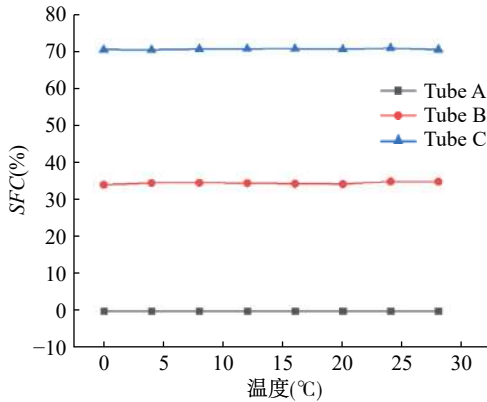


图4 标准物质候选物温度稳定性示意图

Fig.4 The stability of the reference material candidates at different temperatures

用户在使用固体脂肪含量标准物质校准低场核磁共振仪时,可以在室温条件下进行,标准物质候选物在室温条件下SFC量值稳定。

5.3 混合油管的温度稳定性

为探究温度对SFC测量结果的影响,实验用重量法配制了质量分数约0%、20%、30%、50%、70%、80%的6种不同SFC的混合油管,使用低场核磁共振直接法测量了其在不同温度下的SFC,结果如图5所示。

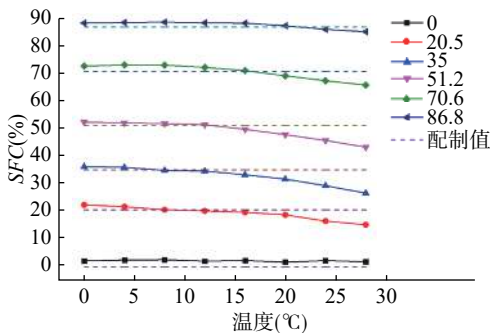


图5 不同温度下低场核磁共振直接法的SFC测量结果

Fig.5 SFC measurement results using LFNMR direct method at different temperatures

测量结果表明,用低场核磁共振直接法测量的SFC值随着温度的升高呈现下降趋势。三硬脂酸甘油酯熔点72℃左右,在测量温度下为固态,三油酸甘油酯熔点在-5℃左右,在测量温度下为液态。在测量温度范围内固体不应发生熔融,固体脂肪含量测量值的明显下降与理论不符。为了探究温度升高

时,样品的SFC是否真的下降,使用低场核磁共振间接法测量了样品在不同温度下的SFC。低场核磁共振间接法测量的是实际的氢质子数量比值,不需要像低场核磁共振直接法一样预估线性拟合常数,测量结果更准确,更能反映实际的SFC,测量结果如表2所示。

表2 不同温度下低场核磁共振间接法的SFC测量结果
Tab.2 Measurement results of SFC at different temperature by LFNMR direct method

温度/℃	SFC/%	SFC/%	SFC/%	SFC/%	SFC/%	SFC/%
配制值	0.0	20.5	35.0	51.2	70.6	86.8
10	0.2	23	37.9	56.8	75.1	89.7
20	0.3	22.2	37.1	55.4	73.7	89.4
32	0	21.4	36.1	54.1	72.3	88.7

根据表2的测量结果,随着温度的增加,SFC并没有明显变化,与低场核磁共振直接法测量结果差异较大。

为了探究差异的原因,实验测量了不同温度下低场核磁共振直接法使用的校正因子 f 并计算了其标准偏差,结果如图6所示。实验结果表明,随着温度的增长,不同SFC的溯源管所具有的平均校正因子明显增大,且不同SFC管之间的标准偏差变大。这可能是因为数学模型存在偏差导致的,低场核磁共振直接法认为撤去磁场脉冲的初始阶段,氢质子的信号强度衰减是线性的,但实际情况与猜想可能不一致。实验结果表明,固体脂肪的信号强度衰减根据温度的不同、固液比例不同会发生变化。对比实验结果,在0℃时不同溯源管的 f 值标准偏差很小,几乎为同一值,与理论数学模型相匹配,随着温度的升高, f 值逐渐增大偏离理论模型。因此,最终选用0℃作为溯源时的测量温度。

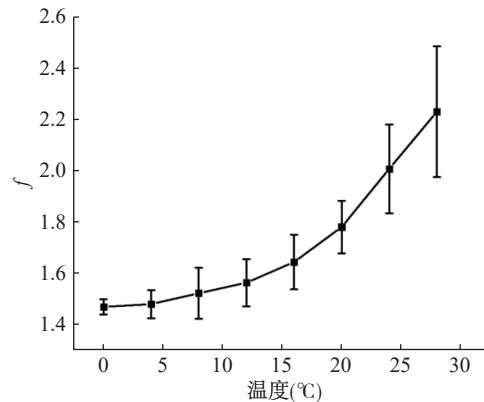


图6 不同温度下的校正因子 f 及其标准偏差示意图
Fig.6 Correction factor f and its standard deviation at different temperatures

5.4 定值结果与溯源性

标准物质候选物使用油和塑料,其 *SFC* 可以溯源至三油酸甘油酯与三硬脂酸甘油酯混合物的质量比,混合物的质量使用已溯源的天平称量,其中天平溯源至 E2 等级砝码组标准装置(【1988】国量标计证字第 116 号),溯源路径如图 7 所示。

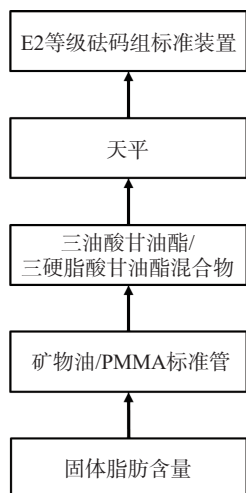


图 7 标准物质溯源路径

Fig.7 The traceability of the reference material

在选定的测量条件下,由两名实验者每人独立重复测量 6 次。其中 M1 ~ M6 为一名实验者的测量数据, N1 ~ N6 为另一名实验者的测量数据,结果如表 3 所示。

最终定值结果: B 管 $SFC_B=33.7\%$, C 管 $SFC_C=70.0\%$ 。

5.5 不确定度

三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯固体脂肪含量标准物质候选物的不确定度主要来源于测量重复性、均匀性、长期和短期稳定性及测量过程引入的不确定度。将标准物质候选物标准值的不确定度分量合成得到标准值的标准不确定度 u_c , 取扩展因子 $k=2$, 则扩展不确定度为: $U = k \cdot u_c(k=2)$ 。表 4 列出 B、C 管 *SFC* 的不确定度分量、合成不确定度和扩展不确定度的值。

表 3 标准物质候选物定值结果

Tab.3 Certification result of the reference material candidates

重复次数	B管 <i>SFC</i>	C管 <i>SFC</i>	重复次数	B管 <i>SFC</i>	C管 <i>SFC</i>
M1	33.56%	69.98%	N1	33.63%	69.88%
M2	33.79%	70.00%	N2	33.77%	69.94%
M3	33.55%	69.87%	N3	33.80%	69.88%
M4	33.76%	69.94%	N4	33.66%	69.90%
M5	33.67%	70.01%	N5	33.80%	70.07%
M6	33.65%	69.91%	N6	33.65%	70.00%
平均值	33.66%	69.95%	平均值	33.72%	69.95%
标准偏差	0.10%	0.05%	标准偏差	0.08%	0.07%

表 4 固体脂肪含量标准物质不确定度及其来源

Tab.4 The uncertainty and its source of the *SFC* reference materials

	固体脂肪含量	重复性引入的不确定度(u_r)	测量过程引入的不确定度(u_{SFC})	均匀性引入的不确定度(u_h)	稳定性引入的不确定度(u_{s1})	短期稳定性引入的不确定度(u_{s2})	合成不确定度(u_c)
B管	33.69%	0.17%	0.82%	0.35%	0.13%	0.16%	0.93%
C管	69.95%	0.16%	0.77%	0.14%	0.20%	0.15%	0.84%

固体脂肪含量标准物质的不确定度最主要来源于测量过程中校正因子 f 的标准偏差, f 值结果如表 5 所示。 f 值标准偏差带来的不确定度贡献了总不确定度的 80% 以上。扩展不确定度保留两位有效数字后, B 管扩展不确定度 $U_B=1.9\%$; C 管扩展不确定度 $U_C=1.7\%$

表 5 校正因子 f 值统计

Tab.5 The statistics of the correction factor f

	管1	管2	管3	管4
校正因子 f	1.51	1.51	1.44	1.35

6 结论

低场核磁共振直接法是一种简单快捷测量 *SFC* 的方式, 仪器需要溯源至三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合物的固体脂肪含量值后才能保证量值准确可靠。

三油酸甘油酯/三硬脂酸甘油酯混合油管在 0°C 下的校正因子 f 几乎不变, 随温度升高 f 的波动越来越大; 塑料/油管的 *SFC* 几乎不受温度变化的影响。使用塑料/油管代替混合油管, 能显著改善标准物质候选物在不同温度与测量条件下的测量稳定性

与重复性。

固体脂肪含量标准物质候选物使用塑料/油管, SFC 量值溯源至混合油管中纯物质的质量比, 质量溯源至 E2 等级砝码组标准装置(【1988】国量标计证字第 116 号)。

固体脂肪含量标准物质候选物的量值为: B 管 $SFC_B=33.7\%$, 扩展不确定度 $U_B=1.9\%$; C 管 $SFC_C=70.0\%$, 扩展不确定度 $U_C=1.7\%$ 。

参考文献

- [1] Davenel A, Riaublanc A, Marchal P. Quality of pig adipose tissue: relationship between solid fat content and lipid composition[J]. *Meat Science*, 1999, 51(1): 73-79.
- [2] Augusto P E D, Soares B M C, Chiu M C, *et al.* Modelling the effect of temperature on the lipid solid fat content (SFC)[J]. *Food Research International*, 2012, 45(1): 132-135.
- [3] Van Putte K, Van Den Eenden J. Fully automated determination of solid fat content by pulsed NMR[J]. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 1974, 51(7): 316-320.
- [4] Gribnau, M C M. Determination of solid/liquid ratios of fats and oils by low-resolution pulsed NMR[J]. *Trends in Food Science & Technology*, 1992, 3(8): 186-190.
- [5] 肖新生, 杨交如, 唐满生, 等. 核磁共振技术在食用油脂分析中的应用研究进展 [J]. *中国油脂*, 2018, 43(12): 134-139.
- [6] 刘纯友, 马美湖, 王庆玲, 等. 核磁共振技术在食品脂质研究中的应用新进展 [J]. *食品工业科技*, 2017, 38(12): 342-346.
- [7] Arnout D, Veronique N, Tom R, *et al.* Influence of Polymorphism on the Solid Fat Content Determined by FID Deconvolution[J]. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 2017, 120(3): 1700339.
- [8] Mills B L, Voort F. Determination of solid fat index of fats and oils using the anton paar density meter[J]. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 1981, 58(5): 618-621.
- [9] Laubli M W, Bruttel P A. Determination of oxidative stability of fats and oils - comparison between the active oxygen method (aocs-cd-12-57) and the rancimat method[J]. *Fett/Lipid*, 1987, 89(11): 425.
- [10] Márquez, Andrés L, Pérez, *et al.* Solid Fat Content Estimation by Differential Scanning Calorimetry: Prior Treatment and Proposed Correction[J]. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 2013, 90(4): 467-473.
- [11] Tiekko Nassau, Renata, Guaraldp Gonçalves, *et al.* Solid fat content determination: Comparison between pNMR and DSC techniques[J]. *Grasasy Aceites*, 1995, 46(6): 337-343.
- [12] 国家市场监督管理总局. 动植物油脂 冲核磁共振法测定固体脂肪含量 直接法: GB/T 31743-2015[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
- [13] 国家市场监督管理总局. 动植物油脂 脉冲核磁共振测定 固体脂肪含量 间接法: GB/T 37517-2019 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2019.
- [14] AOCS. Solid Fat Content (SFC) by Low-Resolution Nuclear Magnetic Resonance—The Direct Method: AOCS Cd 16b-93 [S]. America: AOCS, 2009.
- [15] ISO. Animal and vegetable fats and oils — Determination of solid fat content by pulsed NMR — Part 1: Direct method: ISO 8292-1[S]. ISO, 2008.
- [16] ISO. Animal and vegetable fat and oils – sampling: ISO 5555[S]. ISO, 1991.
- [17] 蒲成, 任玲玲. 高分子化合物的分子量表征 [J]. *计量科学与技术*, 2021, 65(1): 34-39.
- [18] 郭士刚, 凌凤香, 高旭锋. 红外光谱法测定柴油中脂肪酸甲酯的检出限及不确定度评定 [J]. *计量学报*, 2021, 42(8): 1115-1120.
- [19] 李明, 张伟. 基于有机元素分析的多肽纯度测量技术 [J]. *计量科学与技术*, 2022, 66(7): 18-21.
- [20] 安巧云, 魏敏, 周剑, 等. 乳粉中脂肪成分分析标准物质的研制 [J]. *化学分析计量*, 2021, 30(6): 6-10.
- [21] 金涛, 潘本松, 聂洪港. 基质辅助激光解吸电离-质谱成像技术 (MALDI-MSI) 及其在脑神经性疾病研究中的应用 [J]. *计量科学与技术*, 2022, 66(3): 3-22.
- [22] 李付贤, 万凌燕, 张超. 论糕点水分含量对脂肪测定的影响 [J]. *计量与测试技术*, 2015, 42(3): 12-14.

本文编辑: 石亚楠