ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14104— 2009

Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

EN 14104:2003
Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of acid value
(IDT)

Издание официальное

БЗ 12—2009/922

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 1150-ст

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту ЕН 14104:2003 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение кислотного числа» (EN 14104:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of acid value»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных европейских региональных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2010

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 Реактивы . . . 2
6 Аппаратура . . . 3
7 Отбор проб . . . 3
8 Подготовка испытуемого образца . . . 3
9 Проведение испытания . . . 3
10 Расчеты . . . 3
11 Прецизионность . . . 4
12 Протокол испытаний . . . 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации . . . 6
Библиография . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME). Determination of acid value

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотного числа светлых метиловых эфиров жирных кислот (FAME) с использованием титрования в присутствии цветного индикатора.

1.2 Настоящий метод позволяет определять кислотное число в диапазоне от 0,10 до 1,00 мг KOH/г.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие европейские региональные стандарты:

ЕН ИСО 661:1995 Животные и растительные жиры и масла. Подготовка испытуемой пробы (ИСО 661:1989) (EN ISO 661:1995, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample)

ЕН ИСО 3696 Вода, используемая в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытания (ИСО 3696:1987) (EN ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **кислотное число** (acid value): Количество гидроксида калия (мг), необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, присутствующих в 1 г FAME, при определении по методу настоящего стандарта.

Значение кислотного числа выражают в миллиграммах гидроксида калия на грамм образца.

Примечание — Если образец содержит минеральные кислоты, то их, по соглашению, определяют как часть общего кислотного числа. Настоящий метод не позволяет различать слабые (от свободных жирных кислот) и сильные (от минеральных кислот при наличии) кислоты.

4 Сущность метода

Испытуемый образец растворяют в смешанном растворителе и титруют разбавленным раствором гидроксида калия в присутствии индикатора фенолфталеина до конечной точки титрования.

Издание официальное

5 Реактивы

Используют только реактивы признанного аналитического класса и воду класса 3 в соответствии с ЕН ИСО 3696.

5.1 Смесь диэтилового эфира и 95%-ного этанола в соотношении по объему 1:1.

Предупреждение — Диэтиловый эфир является чрезвычайно воспламеняемым веществом и может образовывать взрывчатые пероксиды. Его следует использовать с осторожностью.

Смесь нейтрализуют непосредственно перед использованием путем добавления раствора гидроксида калия (5.2) в присутствии 0,3 см^3 спиртового раствора фенолфталеина на 100 см^3 смеси растворителя.

Если нет возможности использовать диэтиловый эфир, то могут быть использованы следующие смеси растворителей:

- смесь толуола и 95%-ного об. этанола в соотношении по объему 1:1;
- смесь толуола и 99%-ного об. 2-пропанола в соотношении по объему 1:1.

Смешанный растворитель может быть заменен на 99%-ный об. 2-пропанол.

Примечание — Большие объемы смесей растворителя и индикатора могут быть необходимы для темноокрашенных образцов.

5.2 Гидроксид калия, стандартный титрованный раствор в этаноле c (KOH) = 0,1 моль/дм^3.

Спиртовой раствор гидроксида калия может быть заменен на водные растворы калия или гидроксида натрия, но только если объем введенной воды не приведет к фазовому разделению.

5.2.1 Приготовление раствора

Растворяют приблизительно 7 г гранулированного гидроксида калия в этаноле и разбавляют до 1 дм^3 тем же самым растворителем.

Примечание — 2-Пропанол может быть использован вместо этанола.

Взвешивают 0,15 г бензойной кислоты чистотой не менее 99,9 % или другой первичный стандарт с точностью 0,0002 г в лабораторном стакане вместимостью 150 см^3 и растворяют в 50 см^3 4-метилпентан-2-она (5.4).

Используют pH-метр для последующего титрования и обнаружения конечной точки титрования. Начинают перемешивание и титруют раствором гидроксида калия до точки эквивалентности.

5.2.2 Расчет концентрации раствора

Концентрацию раствора гидроксида калия, моль/дм^3, при использовании бензойной кислоты рассчитывают по формуле

$$\frac{1000 \cdot m_0}{122{,}1 \cdot V_0}, \qquad (1)$$

где m_0 — масса бензойной кислоты, г;

V_0 — объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование до конечной точки титрования, см^3.

Примечания

1 В математическом выражении символы обозначают числовые значения количеств веществ.

2 Стандартные растворы гидроксида калия имеются в продаже, и их можно использовать.

Приготовленный раствор используют не ранее чем через 5 дней. Раствор переливают в стеклянную емкость коричневого цвета с резиновой пробкой, снабженной термометром, необходимым для введения температурной поправки (см. раздел 10). Раствор должен быть бесцветным или соломенно-желтым. Если емкость соединена с бюреткой, то для предотвращения попадания диоксида углерода устанавливают ловушку с натронной известью.

5.3 Фенолфталеин, раствор в 95%-ном этаноле, 10 г/дм^3.

5.4 4-Метилпентан-2-он, нейтрализованный непосредственно перед использованием путем добавления раствора гидроксида калия (5.2) и контроля его количества по pH-метру (6.3).

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование.

6.1 Микробюретка вместимостью 10 см^3 с ценой деления 0,02 см^3.

6.2 Аналитические весы с точностью взвешивания ± 0,05 г или менее.

6.3 pH-метр, снабженный стеклянным или каломельным электродом.

7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в стандарте [2].

Важно, чтобы лаборатория получила образец, который действительно является представительным и остается неизменным при транспортировании и хранении.

8 Подготовка испытуемого образца

Готовят испытуемый образец в соответствии с ЕН ИСО 661. Испытуемый образец не следует нагревать и/или фильтровать.

9 Проведение испытания

9.1 Испытуемый образец

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 20 г взвешенного испытуемого образца.

9.2 Определение

9.2.1 Испытуемый образец (9.1) растворяют в 100 см^3 предварительно нейтрализованной смеси растворителя (5.1), титруют раствором гидроксида калия (5.2) до конечной точки титрования, когда добавление одной капли этого раствора приводит к небольшому изменению окраски, сохраняющейся в течение не менее 15 с.

9.2.2 Если раствор начинает мутнеть при титровании, то добавляют достаточное количество смешанного растворителя (5.1), чтобы получить прозрачный раствор.

10 Расчеты

$$\text{Кислотное число} = \frac{56{,}1 \cdot V \cdot c}{m}, \qquad (2)$$

где 56,1 — молекулярная масса гидроксида калия;

V — объем израсходованного на титрование стандартного раствора гидроксида калия, см^3;

c — точная концентрация используемого стандартного раствора гидроксида калия, моль/дм^3;

m — масса испытуемого образца, г.

Результаты выражают как мг KOH/г образца и округляют до второго десятичного знака.

Примечание — Концентрация раствора гидроксидов натрия в этаноле или калия в этаноле изменяется в зависимости от температуры и может быть уточнена с введением поправки. При этом можно использовать следующую поправку:

$$V' = V_t[1 - 0{,}001(t - t_0)], \qquad (3)$$

где V' — скорректированный объем стандартных растворов гидроксида натрия или гидроксида калия, см^3;

V_t — объем стандартных растворов гидроксида натрия или гидроксида калия, измеренный при температуре t, см^3;

t — температура, при которой было выполнено определение, °С;

t_0 — температура, при которой была определена концентрация стандартных растворов гидроксида натрия или гидроксида калия, °С.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Подробное описание межлабораторных испытаний приведено в приложении А. Значения, установленные в результате этих испытаний, могут быть не применимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от данных, установленных настоящим методом.

11.2 Повторяемость *r*

Абсолютное расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на одном и том же испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение короткого интервала времени, не должно превышать 0,02 мг КОН/г более чем в одном случае из двадцати.

11.3 Воспроизводимость *R*

Абсолютное расхождение между двумя единичными результатами испытаний, полученными одним и тем же методом на одном и том же испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами, используя разное оборудование, не должно превышать 0,06 мг КОН/г более чем в одном случае из двадцати.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если он известен;
- используемый метод испытания со ссылками на настоящий стандарт;
- подробное описание (характеристика) процедур, не описанных в настоящем стандарте или признанных незначительными, учитывая любые случайности, которые могут повлиять на результаты испытаний;
- полученные результаты испытаний или, если определена повторяемость, то полученный конечный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Объединенные испытания, включающие 15 лабораторий в 5 странах, проводились на 5 образцах:

Образец 1: FAME, полученный из подсолнечного масла;

Образец 2: FAME, полученный из рапсового масла;

Образец 3: FAME, полученный из рапсового масла;

Образец 4: FAME, полученный из подсолнечного и рапсового масел (75 % подсолнечного масла);

Образец 5: FAME, полученный из рапсового масла.

Испытания были организованы CEN TC 307/WG1 в 1998 г., и полученные результаты были изучены для статистического анализа в соответствии со стандартом [3] для получения данных прецизионности, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвующих лабораторий	15	15	15	15	15
Количество участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	14	15	14	15	14
Среднее значение, мг KOH/г	0,512	0,359	0,882	0,151	0,682
Стандартное отклонение повторяемости, мг KOH/г	0,004	0,004	0,006	0,003	0,008
Стандартное отклонение воспроизводимости, мг KOH/г	0,016	0,022	0,020	0,017	0,017
Предел повторяемости r, мг KOH/г	0,013	0,011	0,019	0,009	0,024
Предел воспроизводимости R, мг KOH/г	0,048	0,067	0,062	0,051	0,052

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН ИСО 661:1995	—	*
ЕН ИСО 3696	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского регионального стандарта. Перевод данного европейского регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

Библиография

[1] EN ISO 660, Animal and vegetable fats and oils — Determination of acid value and acidity. (ЕН ИСО 660, Животные и растительные жиры и масла. Определение кислотного числа и кислотности)* (ISO 660:1996)

[2] EN ISO 5555, Animal and vegetable fats and oils — Sampling. (ЕН ИСО 5555, Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб)* (ISO 5555:2001)

[3] EN ISO 4259, Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test. (ЕН ИСО 4259, Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания)* (ISO 4259:1992/Cor 1:1993)

* Официальный перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 67.200.10 Б 29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: производные жиров и масел, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), кислотное число

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 01.04.2010. Подписано в печать 14.04.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 151 экз. Зак. 310.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru