ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р ЕН 14111— 2010**

# ПРОИЗВОДНЫЕ ЖИРОВ И МАСЕЛ. МЕТИЛОВЫЕ ЭФИРЫ ЖИРНЫХ КИСЛОТ (FAME)

## Определение йодного числа

**EN 14111:2003**
**Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of iodine value**
**(IDT)**

**Издание официальное**

Москва
Стандартинформ
2011

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 собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

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 27 декабря 2010 г. № 1105-ст

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту ЕН 14111:2003 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение йодного числа» (EN 14111:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of iodine value»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных европейских региональных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, 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, 2011

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 . . . . . 1
6 Аппаратура . . . . . 2
7 Отбор проб . . . . . 2
8 Подготовка испытуемого образца . . . . . 2
9 Проведение испытания . . . . . 2
10 Расчет йодного числа . . . . . 2
11 Прецизионность . . . . . 3
12 Протокол испытания . . . . . 3
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . . . 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) . . . . . 5
Библиография . . . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ПРОИЗВОДНЫЕ ЖИРОВ И МАСЕЛ. МЕТИЛОВЫЕ ЭФИРЫ ЖИРНЫХ КИСЛОТ (FAME)

## Определение йодного числа

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

**Дата введения — 2012—07—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения йодного числа в метиловых эфирах жирных кислот (далее — FAME) с использованием тиосульфата натрия.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты*:

ЕН ИСО 661:1995 Животные и растительные жиры и масла. Приготовление испытуемой пробы (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 (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 **йодное число** (iodine value): Масса галогена, выраженного через массу йода, поглощенного испытуемым образцом в соответствии с методом настоящего стандарта, разделенная на массу испытуемого образца.

Йодное число выражают в граммах йода на 100 г FAME.

## 4 Сущность метода

Испытуемый образец растворяют в смешанном растворителе, затем добавляют реактив Wijs. По истечении установленного времени добавляют к образцу йодид калия и воду, и выделенный йод титруют, используя стандартный раствор тиосульфата натрия.

## 5 Реактивы

Следует использовать реактивы только известных аналитических классов и воду класса 3 в соответствии с ЕН ИСО 3696.

5.1 Йодид калия (KI), 100 г/дм$^3$ водного раствора, свободного от йодатов и йодитов.

5.2 Раствор крахмала

Смешивают 5 мг растворимого крахмала с 30 см$^3$ сырой воды и добавляют 1000 см$^3$ кипяченой воды, кипятят в течение 3 мин и охлаждают.

5.3 Тиосульфат натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), стандартный водный титрованный раствор, концентрацией 0,1 моль/дм$^3$, готовят не более чем за 7 дней перед использованием.

* Для датированных ссылок используют только указанное издание стандарта. В случае недатированных ссылок — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

Издание официальное

5.4 Растворитель, полученный смешением равных объемов циклогексана и ледяной уксусной кислоты.

5.5 Реактив Wijs, содержащий монохлорид йода в уксусной кислоте.

Соотношение йода к хлору в реактиве Wijs должно быть в пределах 1,10 ± 0,1.

Примечание — Допускается использовать товарный реактив Wijs.

## 6 Аппаратура

В настоящем методе используют обычное лабораторное оборудование, в частности:

6.1 Стеклянные предварительно взвешенные лодочки, пригодные для испытуемого образца, помещаемые в колбу (6.2).

6.2 Конические колбы вместимостью 500 см$^3$ со шлифованными стеклянными пробками, полностью сухие.

6.3 Аналитические весы с точностью взвешивания ± 0,001 г или более точные.

## 7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в стандарте [1].

Важно, чтобы лаборатория получала действительно представительную безопасную и не изменяющуюся при транспортировании и хранении пробу.

## 8 Подготовка испытуемого образца

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

## 9 Проведение испытания

### 9.1 Испытуемый образец

Берут от 0,13 до 0,15 г испытуемого образца, взвешенного с точностью до 0,001 г, и помещают в стеклянную предварительно взвешенную лодочку (6.1).

Примечание — При значении йодного числа менее 100 массу испытуемого образца устанавливают в соответствии с разделом 9 стандарта [2].

### 9.2 Определение

9.2.1 Стеклянную взвешенную лодочку, содержащую испытуемый образец, помещают в колбу вместимостью 500 см$^3$ (6.2) и растворяют образец, используя 20 см$^3$ растворителя (5.4). Добавляют 25 см$^3$ реактива Wijs, используя прецизионную пипетку. Вставляют пробку, аккуратно закручивая ее, и убирают колбу в темное место.

**Предупреждение** — Для реактива Wijs не следует использовать пипетку с раструбом.

9.2.2 Готовят холостой опыт с растворителем и реактивом, как в 9.2.1, но без испытуемого образца.

9.2.3 Оставляют колбу в темном месте на 1 ч.

9.2.4 После завершения реакции добавляют 20 см$^3$ раствора йодида калия (5.1) и 150 см$^3$ воды. Титруют стандартным раствором тиосульфата натрия (5.3) до желтого цвета в связи с тем, что йод почти исчезает. Добавляют несколько капель раствора крахмала (5.2) и продолжают титрование, сильно встряхивая, до тех пор, пока не исчезнет голубая окраска. Допускается определение конечной точки титрования потенциометрическим методом.

9.2.5 Выполняют параллельно холостое испытание, используя холостой раствор (9.2.2).

## 10 Расчет йодного числа

Йодное число, выраженное в г йода на 100 г FAME, определяют по следующей формуле

$$\frac{12{,}69\ c\ (V_1 - V_2)}{m}, \qquad (1)$$

где $c$ — точная концентрация используемого стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм$^3$;

$V_1$ — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия (5.3), используемого для холостого испытания, см$^3$;

$V_2$ — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия (5.3), используемого для титрования образца, см$^3$;

$m$ — масса испытуемого образца, г.

Результаты следует представить с точностью 1 г йода на 100 г FAME.

## 11 Прецизионность

### 11.1 Межлабораторное испытание

Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Значения, полученные в результате этих испытаний, могут быть не применимы к отличным от приведенных пределам концентрации.

### 11.2 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытания, полученными при использовании одного и того же метода испытания на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в короткий временной промежуток, может превышать значение, равное 3 г йода ($I_2$) на 100 г FAME, только в одном случае из двадцати.

### 11.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными результатами испытания, полученными при использовании одного и того же метода испытания на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, может превышать значение, равное 5 г йода ($I_2$) на 100 г FAME, только в одном случае из двадцати.

## 12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания со ссылками на настоящий стандарт;
- все детали операции, не описанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как незначительные, вместе с деталями любых случайностей, которые могут повлиять на результаты испытания;
- полученные результаты испытания или, если вычислена повторяемость, то конечный полученный результат.

**Приложение А**
**(справочное)**

## Результаты межлабораторных испытаний

Европейские объединенные испытания, включающие 11 лабораторий в 5 странах, проводились на 5 образцах:

Образец 1: FAME, полученный из подсолнечного и рапсового масел (75 % подсолнечного масла);

Образец 2: FAME, полученный из рапсового масла;

Образец 3: FAME полученный из подсолнечного и рапсового масел (25 % подсолнечного масла),

Образец 4: FAME полученный из рапсового масла;

Образец 5: FAME полученный из подсолнечного масла.

Испытания были организованы CEN TC 307/WG1 в 2000 г, и полученные результаты были изучены для статистического анализа в соответствии с [3] для получения данных прецизионности, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1

| Образец | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---|---|---|---|---|
| Число участвующих лабораторий | 11 | 11 | 11 | 11 | 11 |
| Число участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов | 11 | 11 | 11 | 10 | 11 |
| Среднее значение, г $I_2$/100 г | 123,9 | 112,1 | 116,7 | 111,8 | 128,4 |
| Стандартное отклонение повторяемости, г $I_2$/100 г | 0,7 | 0,9 | 0,7 | 1,0 | 1,0 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, г $I_2$/100 г | 2,0 | 2,6 | 1,6 | 1,7 | 1,8 |
| Предел повторяемости $r$, г $I_2$/100 г | 2,2 | 2,8 | 2,3 | 3,1 | 3,2 |
| Предел воспроизводимости $R$, г $I_2$/100 г | 6,3 | 8,2 | 4,9 | 5,3 | 5,5 |

**Приложение ДА**
**(справочное)**

## Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта |
|---|---|---|
| ЕН ИСО 661 | — | * |
| ЕН ИСО 3696 | — | * |

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

## Библиография

[1] EN ISO 5555, Animal and vegetable fats and oils — Sampling (ISO 5555:2001)*
[2] EN ISO 3961, Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine value (ISO 3961:1996)*
[3] EN ISO 4259, Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test (ISO 4259:1992/Cor. 1:1993)*

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

УДК 661.73:006.354 ОКС 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 30.08.2011. Подписано в печать 16.09.2011. Формат 60x84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 146 экз. Зак. 859.

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»,
117418 Москва, Нахимовский проспект, 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru