МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 12966-3— 2020

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот

Часть 3

Получение метиловых эфиров жирных кислот с использованием гидроксида триметилсульфония (ГТМС)

(ISO 12966-3:2016, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2020 г. № 131-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 апреля 2025 г. № 281-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 12996-3—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 12966-3:2016 «Жиры и масла животные и растительные. Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот. Часть 3. Получение метиловых эфиров с применением гидроксида триметилсульфония (ГТМС)» [«Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters — Part 3: Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH)», IDT].

Международный стандарт подготовлен Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34, подкомитетом SC 11 «Животные и растительные жиры и масла» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного международного стандарта соответствующий ему межгосударственный стандарт, сведения о котором приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2016
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025



В Российской Федерации 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 Сущность метода 1
4 Реактивы 2
5 Оборудование 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка пробы 2
8 Выполнение измерения 2
9 Протокол испытаний 3
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту 4
Библиография 5

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот

Часть 3

Получение метиловых эфиров жирных кислот с использованием гидроксида триметилсульфония (ГТМС)

Animal and vegetable fats and oils. Gas chromatography of fatty acid methyl esters. Part 3. Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH)

Дата введения — 2025—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает ускоренный метод переэстерификации жиров и масел с использованием гидроксида триметилсульфония (ГТМС), катализируемого основанием, для приготовления метиловых эфиров жирных кислот. Метод применим только при подготовке метиловых эфиров жиров и масел для газожидкостного хроматографического (ГЖХ) анализа. Он применим ко всем жирам и маслам, за исключением жиров, полученных из молока и молочной продукции.

Изомеризация ненасыщенных жирных кислот происходит в незначительной степени, а изомеризованные жирные кислоты присутствуют в незначительных концентрациях ниже предела измерений. Поскольку изомеризация имеет место, процедура не рекомендуется для конъюгированной линолевой кислоты (КЛК).

От 70 % до 80 % свободных жирных кислот эстерифицируются. В случае конъюгированных циклопропиловых и циклопропениловых жирных кислот могут возникать побочные реакции, не мешающие определению жирных кислот.

Примечание — Настоящий стандарт основан на немецком стандартном методе C-VI 11e (98) [8].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 661, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания)

3 Сущность метода

Пробу растворяют в трет-бутилметиловом эфире (ТМБЭ) и смешивают с раствором гидроксида триметилсульфония в метаноле. Глицериды подвергают щелочному катализу, происходит переэстерификация и образуются метиловые эфиры жирных кислот [4]—[8].

Свободные жирные кислоты превращаются в соли, которые пиролизуются в инжекторе в метиловые эфиры и диметилсульфид. Избыток реагента при пиролизе разлагается на метанол и диметилсульфид. Для получения полной пиролитической реакции необходим горячий инжектор (делитель потока) при минимальной температуре 250 °С.

Издание официальное

Для определения короткоцепочечных жирных кислот (от C_4 до C_8) в качестве внутреннего стандарта используется метиловый эфир валериановой кислоты. Липиды, содержащие гидроксигруппы, частично превращаются в производные О-метилового эфира, которые могут оказывать мешающее влияние на метиловые эфиры жирных кислот при ГЖК разделении [9]. В начале хроматограммы (область C_4) могут наблюдаться пики растворителя, свидетельствующие о реакции. Эти пики не принимаются во внимание.

4 Реактивы

Предупреждение — Необходимо соблюдать меры предосторожности при обращении с опасными веществами.

Используют только реактивы признанной аналитической степени чистоты, если не указано иное.

4.1 Трет-бутилметиловый эфир (ТМБЭ).

4.2 Гидроксид триметилсульфония (ГТМС), концентрация 0,2 моль/дм^3 в метаноле.

Концентрацию раствора можно определить ацидиметрически: разбавить 5,0 см^3 раствора 10 см^3 метанола, добавить две капли фенолфталеина и титровать в 0,1 моль/дм^3 соляной кислоты. Концентрация должна быть не менее 0,15 моль/дм^3.

Примечание — Раствор может храниться 2 месяца при температуре 4 °С в закрытых пробирках.

5 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование.

5.1 **Пробирки** вместимостью 2 см^3 (виалы для автоматического дозатора).

5.2 **Мерные пипетки** вместимостью 0,25, 0,5 и 1 см^3, класс А по ISO 835 [1].

6 Отбор проб

Проба, поступающая в лабораторию, должна быть репрезентативной, не поврежденной или измененной при транспортировке или хранении.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте.

Рекомендованный метод отбора проб приведен в ISO 5555 [3].

7 Подготовка пробы

Проба должна быть жидкой, сухой и прозрачной. Подготовку пробы проводят в соответствии с ISO 661 с нагревом чуть выше ее температуры плавления. Твердые пробы аккуратно расплавляют при температуре выше температуры плавления не более чем на 10 °С и перемешивают. Следует избегать перегрева.

Пробы, содержащие воду, растворяют в петролейном эфире и высушивают в течение 30 мин при помощи добавления безводного сульфата натрия.

Осушающий реагент удаляют фильтрацией через фильтровальную бумагу, осадок тщательно промывают петролейным эфиром. Растворитель затем удаляют с помощью ротационного испарителя.

8 Выполнение измерения

8.1 В пробирку вместимостью 2 см^3 помещают навеску (10 ± 2) мг пробы для испытания.

8.2 К навеске пипеткой (5.2) вносят 0,5 см^3 ТМБЭ в пробирку и растворяют ее, осторожно нагревая (при необходимости).

Примечание — Для определения короткоцепочечных жирных кислот (от C_4 до C_8) в качестве внутреннего стандарта используется метиловый эфир валериановой кислоты. Раствор внутреннего стандарта используют для растворения пробы.

8.3 В полученный раствор пипеткой (5.2) добавляют 0,25 см^3 раствора (ГТМС) (4.2) и интенсивно встряхивают в течение 30 с. Затем готовый раствор вводят (инжектируют) в газовый хроматограф. Так

как метиловые эфиры образуются в процессе впрыска, температура инжектора должна быть не менее 250 °С.

При необходимости раствор разбавляют смесью МТБЭ и метанола (9:1).

ВАЖНО — Свободные жирные кислоты реагируют с ГТМС с образованием солей, которые вступают в реакцию пиролиза в эфире и диметилсульфиде в инжекторе. Температура инжектора 250 °С. Во избежание блокировки капилляра делитель потока должен иметь соответствующий внутренний диаметр (> 1 мм). Он должен регулярно очищаться нагреванием или промыванием растворителем. Делитель потока должен быть защищен ловушкой с активированным углем.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) результат определения;

b) данные об используемом методе и ссылку на настоящий стандарт;

c) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

d) сведения об условиях испытания, не указанных в настоящем стандарте или рассматриваемых как необязательные, а также о любых обстоятельствах, которые могли повлиять на результат(ы).

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 661	IDT	ГОСТ ISO 661—2016 «Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1] ISO 835 Laboratory glassware — Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные пипетки)

[2] ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной отметкой)

[3] ISO 5555 Animal and vegetable fats and oils — Sampling (Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб)

[4] Butte W.J. Butte Rapid method for the determination of fatty acid profiles from fats and oils using trimethylsulfonium hydroxide for transesterification. J. Chromatogr. A. 1983, 261 pp. 142—145

[5] Schulte E. and Weber K. Rapid preparation of fatty acid methyl esters from fats with trimethylsulfonium hydroxide or sodium methylate. Fat Sci. Technol. 1989, 91 pp. 181—183

[6] Arens M., Schulte E., Weber K. Fettsäuremethylester, Umesterung mit trimethylsulfoniumhydroxid [Fatty acid methyl esters, transesterification with trimethylsulfonium hydroxide]. Fat Sci. Technol. 1994, 96 pp. 67—68

[7] El-Hamdy A.H. and Christie W.W. Preparation of methyl esters of fatty acids with trimethylsulphonium hydroxide — An appraisal. J. Chromatogr. A. 1993, 630 pp. 438—441

[8] Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft Deutsche Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Fettprodukten, Tensiden und verwandten Stoffen/German standard methods for the analysis of fats and other lipids. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart, 2008

[9] Vosmann K., Schulte E., Klein E., Weber N. Reactions of lipids containing hydroxy groups with trimethylsulfonium hydroxide: Formation of O-methyl derivatives. Lipids. 1996, 31 pp. 349—352

УДК 547.915:006.354 МКС 67.200.10 IDT

Ключевые слова: жиры и масла животные и растительные, приготовление пробы для испытания, проба для испытания, перемешивание, фильтрование, жидкая проба, твердая проба, высушивание

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 14.04.2025. Подписано в печать 21.04.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч-изд. л. 1,15.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru