ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ИСО 5509-2007

Жиры и масла животные и растительные
МЕТОДИКИ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТИЛОВЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

Тлушчы і маслы жывёльныя і раслінныя
МЕТОДЫКІ АТРЫМАННЯ МЕТЫЛАВЫХ ЭФІРАЎ ТЛУСТЫХ КІСЛОТ

(ISO 5509:2000, IDT)

Издание официальное

БЗ 7-2007



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.2/.3:547.271(083.74)(476) МКС 67.200.10 КП 03 IDT

Ключевые слова: жиры животные, жиры растительные, масла животные, масла растительные, метиловые эфиры жирных кислот, методы приготовления

ОКП РБ 24.14.3

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации»

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Белорусским государственным концерном пищевой промышленности «Белгоспищепром»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 18 июля 2007 г. № 38

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 5509:2000 «Animal and vegetable fats and oils. Preparation of methyl esters of fatty acids» (ИСО 5509:2000 «Жиры и масла животные и растительные. Приготовление метиловых эфиров жирных кислот»).

Международный стандарт разработан техническим комитетом ISO/TC 34 «Пищевые продукты», подкомитетом SC 11 «Жиры и масла животные и растительные».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть, воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общий метод с использованием трехфтористого бора 1
3.1 Сущность метода 1
3.2 Применимость 1
3.3 Реактивы 2
3.4 Аппаратура 2
3.5 Подготовка исследуемой пробы 2
3.6 Методика 3
4 Метод с использованием ГТМС 4
4.1 Сущность метода 4
4.2 Применимость 4
4.3 Реактивы 4
4.4 Аппаратура 5
4.5 Подготовка исследуемой пробы 5
4.6 Методика 5
5 Метод переэтерификации 6
5.1 Сущность метода 6
5.2 Применимость 6
5.3 Реактивы 6
5.4 Аппаратура 6
5.5 Подготовка исследуемой пробы 6
5.6 Методика 7
6 Точность 7
Приложение А (обязательное) Общие аналитические методики 8
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторного испытания 10
Библиография 20

Введение

В настоящем стандарте приводятся три различных метода получения метиловых эфиров.

Общий метод с использованием трехфтористого бора (BF_3) применим к маслам, жирам и свободным жирным кислотам, но в меньшей степени применим к капроновой кислоте (С6) и не применим к масляной кислоте (С4). Применение настоящего стандарта обусловлено газожидкостной хроматографией (ГЖХ), тонкослойной хроматографией (ТСХ) и инфракрасной (ИК) спектрометрией.

Два альтернативных метода не включают BF_3 и основаны на использовании гидроксида триметилсульфония и гидроксида калия в метаноле. Оба метода являются экспресс-методами только для анализов с использованием ГЖХ.

Второй метод (метод с использованием гидроксида триметилсульфония) применяется только для анализов с использованием ГЖХ и может быть использован для всех жиров и масел, включая молочный жир и молочный жир, содержащий примеси. В случае короткоцепочечных жирных кислот (С4 до С8) рекомендуется использование внутреннего стандарта.

Третий метод (метод переэтерификации) применяется к нейтральным маслам и жирам и может быть использован для количественного анализа масел и жиров с короткоцепочечными жирными кислотами вплоть до С4. Для определения С4 и/или С6 сохраняется действие только внутреннего стандарта.

Принципиально новый подход в настоящем стандарте представлен применением изооктана в качестве растворителя вместо гексана или пентана. В [1] и [2] приведены лучшие результаты для BF_3 метода при использовании изооктана.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Жиры и масла животные и растительные
МЕТОДИКИ ПОЛУЧЕНИЯ МЕТИЛОВЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

Тлушчы і маслы жывёльныя і раслінныя
МЕТОДЫКІ АТРЫМАННЯ МЕТЫЛАВЫХ ЭФІРАЎ ТЛУСТЫХ КІСЛОТ

Animal and vegetable fats and oils
Preparation of methyl esters of fatty acids

Дата введения 2007-10-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы получения метиловых эфиров жирных кислот из животных и растительных жиров и масел, жирных кислот и мыла.

В настоящем стандарте рассматриваются три метода метилирования:

a) метод с использованием трехфтористого бора (BF_3) (раздел 3);

b) метод с использованием гидроксида триметилсульфония (ГТМС) (раздел 4);

c) метод переэтерификации (раздел 5).

Получаемые метиловые эфиры используются в различных аналитических методах, например ГЖХ, ТСХ и ИК-спектрометрии.

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит требования из других публикаций посредством датированных и недатированных ссылок. При датированных ссылках на публикации последующие изменения или последующие редакции этих публикаций действительны для настоящего стандарта только в том случае, если они введены в действие путем изменения или путем подготовки новой редакции. При недатированных ссылках на публикации действительно последнее издание приведенной публикации.

ИСО 661 Жиры и масла животные и растительные. Подготовка исследуемой пробы

ИСО 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

3 Общий метод с использованием трехфтористого бора

Предостережение. Данный метод включает применение потенциально вредных реактивов. Обычные меры предосторожности необходимо предпринимать для защиты глаз и для защиты от опасности разъедающих химических ожогов.

Трехфтористый бор ядовит. Не рекомендуется приготовление метанольного раствора трехфтористого бора из метанола и трехфтористого бора (приложение А, А.1).

3.1 Сущность метода

Глицериды омыляются метанольным раствором гидроксида натрия. Мыла превращаются в метиловые эфиры взаимодействием с комплексом трехфтористый бор/метанол.

Для анализа чистых жирных кислот и мыл омыление гидроксидом натрия не является необходимым, и эфиры можно получать непосредственно путем взаимодействия с трехфтористым бором.

3.2 Применимость

Для большинства масел, жиров и производных (жирных кислот, мыла) данный метод является основным, за исключением молочных жиров и жиров, содержащих жирные кислоты со специфическими группами.

Издание официальное

При этерификации соединения, содержащие следующие структурные элементы, могут полностью или частично разлагаться:

– кето-, эпокси-, гидрокси-, гидропероксигруппы;

– циклопропильная или циклопропенильная группы;

– ацетиленовые жирные кислоты.

Метод можно применять, если жирное вещество содержит такие соединения только в очень малых количествах (например, хлопковое масло); в других случаях следует применять метод, описанный в разделах 4 или 5.

Для газовой хроматографии оптимальный выход метиловых эфиров из реакционной смеси получают с использованием изооктана. Однако будет получено только около 75 % присутствующего метилового эфира капроновой кислоты (С6).

3.3 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты.

3.3.1 Вода, соответствующая 3 степени чистоты по ИСО 3696.

3.3.2 Натрия гидроксид, метанольный раствор, 0,5 моль/л.

Растворяют 2 г гидроксида натрия в 100 мл метанола, содержащего не более 0,5 % (массовая доля) воды. Если раствор будет сохраняться продолжительное время, может образоваться небольшое количество белого осадка карбоната натрия, что не окажет влияния на получение метиловых эфиров.

3.3.3 Бор трехфтористый (BF_3), метанольный раствор, от 12 % до 15 % (массовая доля)[1] (см. А.1).

3.3.4 Изооктан (2,2,4-триметилпентан) хроматографического качества (см. А.2).

Предостережение. Изооктан является воспламеняемым и пожароопасным. Пределы взрывоопасности на воздухе составляют от 1,1 % до 6,0 % (объемная доля). Он токсичен при приеме внутрь и вдыхании. При работе с указанным растворителем следует использовать вытяжной шкаф, работающий соответствующим образом.

3.3.5 Натрий хлористый, насыщенный водный раствор.

3.3.6 Натрий сернокислый безводный.

3.3.7 Азот с содержанием кислорода менее 5 мг/кг.

3.3.8 Гексан для хроматографии (только для сухих метиловых эфиров (см. А.2). Можно использовать легкий петролейный эфир с диапазоном кипения от 40 °С до 60 °С, повторной дистилляцией и без осадка с бромным числом менее 1.

3.3.9 Метиловый красный, 1 г/л раствор в 60 %-ном (объемная доля) этаноле.

3.4 Аппаратура

Применяется обычное лабораторное оборудование:

3.4.1 Колба вместимостью 50 мл или 100 мл со шлифом и снабженная шлифованной стеклянной пробкой.

3.4.2 Обратный холодильник с эффективной длиной от 20 до 30 см со шлифом, подходящим к колбе (см. 3.4.1).

3.4.3 Обезжиренные центры кипения.

3.4.4 Градуированные или автоматические пипетки емкостью не менее 10 мл, снабженные резиновой грушей.

3.4.5 Сосуд вместимостью 4 мл с закручивающейся крышкой.

3.4.6 Разделительные воронки вместимостью 250 мл, предназначенные только для сухих метиловых эфиров.

3.4.7 Роторный испаритель.

3.4.8 Аналитические весы с точностью взвешивания до 0,001 г.

3.5 Подготовка исследуемой пробы

Исследуемая проба должна быть жидкой, безводной и прозрачной. Подготовку осуществляют в соответствии с ИСО 661, нагревают пробу до температуры плавления.

---

[1] 14 %-, 20 %- (Мерк № 801663) и 50 %-ные растворы имеются в продаже. Приведенная информация дается только для удобства пользователей настоящего стандарта.

3.6 Методика

Предостережение. Из-за токсичного характера трехфтористого бора следует проводить метилирование в вытяжном шкафу. Вся стеклянная посуда моется водой сразу же после использования.

3.6.1 Исследуемая проба

Выбор соответствующего размера колбы и количества реактивов и растворителей, необходимых для метилирования выбранного количества исследуемой пробы, – в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Методы	Исследуемая проба, мг	Колба (3.4.1), мл	NaOH раствор (3.3.2), мл	BF_3 раствор (3.3.3), мл	Растворитель (3.3.4 или 3.3.8), мл
ГЖХ	От 100 до 250	50	4	5	От 1 до 3
	От 250 до 500	50	6	7	От 2 до 5
ИК/ТСХ	От 500 до 750	100	8	9	От 4 до 8
	От 750 до 1000	100	10	12	От 7 до 10

3.6.2 Омыление

3.6.2.1 Проведение исследований для жиров и масел – в соответствии с 3.6.2.2. Для жирных кислот и мыла – 3.6.2.3.

3.6.2.2 Взвешивают исследуемую пробу в соответствующей колбе (см. таблицу 1 и приложение А). Прибавляют соответствующее количество (см. таблицу 1) метанольного раствора гидроксида натрия (3.3.2) и центры кипения (3.4.3). Устанавливают холодильник (3.4.2) на колбу.

Если жирные кислоты содержат более двух двойных связей, удаляют воздух из колбы путем продувания колбы сухим азотом (3.3.7) сразу же перед кипячением в течение нескольких минут.

Кипятят до исчезновения капель жира, слегка вращая колбу каждые 30 – 60 с для предупреждения образования кольца гидроксида натрия по стенкам колбы. Процесс обычно занимает от 5 до 10 мин, но в определенных исключительных случаях может длиться дольше (см. А.3 и А.4). Прибавляют соответствующее количество (см. таблицу 1) метанольного раствора трехфтористого бора (3.3.3) через верхнюю часть холодильника.

Продолжают далее либо по 3.6.3, либо по 3.6.4.

3.6.2.3 Взвешивают исследуемую пробу в соответствующей колбе (см. таблицу 1). Прибавляют соответствующее количество (см. таблицу 1) метанольного раствора трехфтористого бора (3.3.3) в колбу. Устанавливают на колбу холодильник (3.4.2).

Продолжают далее либо по 3.6.3, либо по 3.6.4.

3.6.3 Приготовление метиловых эфиров в изооктановом растворе (в основном для ГЖХ)

3.6.3.1 Продолжают кипячение в течение 3 мин. Для масел с длинноцепочечными жирными кислотами, такими как рыбий жир, продолжают кипячение в течение 30 мин.

3.6.3.2 Прибавляют соответствующее количество (см. таблицу 1) изооктана (3.3.4) к кипящей смеси через верхнюю часть холодильника.

3.6.3.3 Удаляют колбу от источника нагревания и снимают холодильник. НЕМЕДЛЕННО, не позволяя колбе охладиться, прибавляют 20 мл раствора хлористого натрия (3.3.5). Закрывают колбу пробкой и энергично встряхивают не менее 15 с.

3.6.3.4 Прибавляют большее количество насыщенного раствора хлористого натрия (3.3.5) до доведения уровня жидкости до горла колбы. Дают двум фазам разделиться.

3.6.3.5 Переносят 1 – 2 мл верхнего изооктанового слоя в сосуд на 4 мл (3.4.5) и прибавляют небольшое количество безводного сернокислого натрия (3.3.6) для удаления любых следов воды. Полученный таким образом изооктановый раствор может быть инжектирован следующим образом:

a) непосредственно в наполненную колонку для ГЖХ (см. А.5);

b) после соответствующего разбавления изооктаном для систем капиллярных колонок перед введением (см. А.6);

c) после разбавления низкокипящим растворителем, таким как гептан, для особого случая инжектирования на капиллярную колонку.

3.6.4 Приготовление сухих метиловых эфиров (для ТСХ или ИК-спектрометрии)

3.6.4.1 Продолжают кипячение в течение 3 мин.

3.6.4.2 Прибавляют соответствующее количество (см. таблицу 1) гексана (3.3.8) к кипящей смеси через верхнюю часть холодильника.

3.6.4.3 Убирают колбу от источника нагревания и снимают холодильник. НЕМЕДЛЕННО, не позволяя колбе охладиться, прибавляют 20 мл раствора хлористого натрия (см. 3.3.5). Закрывают колбу пробкой и энергично встряхивают не менее 15 с.

3.6.4.4 Переносят солевой раствор и гексановый слой в 250 мл разделительную воронку (3.4.6). Прибавляют примерно 30 мл насыщенного раствора хлористого натрия. Дают двум фазам разделиться. Удерживают гексановый раствор. Экстрагируют солевой раствор дважды порциями гексана по 50 мл (3.3.8).

3.6.4.5 Соединяют гексановый раствор и два экстракта и промывают их порциями воды по 20 мл (3.3.1) до тех пор, пока не будет показано отсутствие кислоты при использовании раствора метилового красного (3.3.9) в качестве индикатора.

Просушивают над безводным сернокислым натрием (3.3.6). Отфильтровывают раствор и тщательно испаряют растворитель на водяной бане в потоке азота (3.3.7) или с использованием роторного испарителя (см. 3.4.7).

Если оставшаяся проба содержит значительное количество короткоцепочечных метиловых эфиров (от С6 до С10), то невозможно избежать их существенных потерь. Для исследуемой пробы менее 500 мг предпочтительно пропорционально уменьшить объемы раствора хлористого натрия, растворителя и воды (см. А.6).

4 Метод с использованием ГТМС

Предостережение. Описанный метод включает применение потенциально вредных реактивов. Необходимо предпринимать обычные меры предосторожности для защиты глаз и для защиты от опасности разъедающих химических ожогов. Гидроксид триметилсульфония может быть ядовит.

4.1 Сущность метода

Исследуемую пробу растворяют в третбутилметиловом эфире и метиловые эфиры получают путем переэтерификации с ГТМС. Проводят немедленное инжектирование в газовый хроматограф при температуре инжектора выше 250 °С. В присутствии короткоцепочечных жирных кислот (от 4 до 8 атомов углерода) рекомендуется использование метилового эфира валерьяновой кислоты в качестве внутреннего стандарта (4.2).

4.2 Применимость

Данный экспресс-метод используется только для получения метиловых эфиров в ГЖХ. Он применим для всех жиров и масел, включая молочные жиры и смеси, содержащие молочные жиры. Изомеризация ненасыщенных жирных кислот не наблюдалась.

Метод может быть применим к соединениям, содержащим химические структурные элементы, приведенные в 3.2, но неизвестно, будет ли происходить полное превращение в метиловые эфиры. Также свободные жирные кислоты этерифицируются только на 70 % – 80 %.

Липиды, содержащие гидроксильные группы, частично превращаются в соответствующие О-метиловые простые эфиры, которые могут мешать ГЖХ-разделению метиловых эфиров жирных кислот (МЭЖК). Поэтому метод дериватизации ГТМС рекомендуется с ограничением для липидов, содержащих гидроксильные группы. С другой стороны, он может представлять некоторое диагностическое значение для анализа таких липидов методом ГЖХ/масс-спектрометрии.

ГТМС-метод нельзя применять при использовании холодного инжектирования на колонку при анализах с использованием ГЖХ. Более того, не рекомендуется использование полярных стационарных фаз (цианопропилсилоксанов).

Для определения короткоцепочечных жирных кислот (от С4 до С6) рекомендуется использование метилового эфира валерьяновой кислоты в качестве внутреннего стандарта, если валерьяновая кислота не содержится в образце.

4.3 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты.

4.3.1 Третбутилметиловый эфир.

4.3.2 ГМСГ[2)], метанольный раствор, 0,2 моль/л.

Раствор остается устойчивым в течение по крайней мере 2 мес при хранении при 4 °С в небольших количествах в закрытой пробирке.

Примечание – В [3] приведен метод приготовления.

4.3.3 Основной раствор внутреннего стандарта используют только для определения масляной и/или капроновой кислоты.

В мерную колбу вместимостью 50 мл взвешивают с точностью до 0,1 мг примерно 250 мг метилового эфира валерьяновой кислоты. Используют изооктан для растворения образца и разбавления до метки.

4.3.4 Эталонный раствор внутреннего стандарта используют только для определения масляной и/или капроновой кислоты.

Вводят 10 мл основного раствора (4.3.3) в мерную колбу вместимостью 100 мл и разбавляют до метки изооктаном. Рассчитывают концентрацию данного эталонного раствора (см. А.8).

4.3.5 Петролейный эфир.

4.3.6 Натрий сернокислый безводный.

4.4 Аппаратура

Применяют обычное лабораторное оборудование:

4.4.1 Пробирки вместимостью 2 мл с притертыми стеклянными пробками (сосуды для автопробоотборника).

4.4.2 Градуированные пипетки вместимостью 1000 мкл.

4.4.3 Мерные колбы вместимостью 50 и 100 мл.

4.4.4 Гофрированная фильтровальная бумага.

4.4.5 Роторный испаритель.

4.5 Подготовка исследуемой пробы

Исследуемая проба должна быть жидкой, безводной и прозрачной. Подготовку проводят в соответствии с ИСО 661, нагревают пробу до температуры плавления.

4.6 Методика

4.6.1 Исследуемая проба

Взвешивают в пробирке (см. 4.4.1) (10 ± 2) мг исследуемой пробы.

Для проб с более высоким содержанием воды используют больший объем пробы.

Осторожно расплавляют твердые пробы при температуре приблизительно на 10 °С выше температуры плавления и перемешивают. Следует избегать перегрева.

Растворяют пробы, содержащие воду, в петролейном эфире (4.3.5) и сушат в течение 30 мин путем прибавления безводного сернокислого натрия (4.3.6). Удаляют осушитель фильтрованием через гофрированную фильтровальную бумагу и тщательно промывают остаток петролейным эфиром. Удаляют растворитель на роторном испарителе (4.4.5).

4.6.2 Приготовление метиловых эфиров

4.6.2.1 Пипеткой (4.4.2) вводят 500 мкл третбутилметилового эфира и растворяют пробу при слабом нагревании, если необходимо.

Для определения масляной и/или капроновой кислоты прибавляют 500 мкл эталонного раствора внутреннего стандарта (4.3.4) вместо 500 мкл третбутилметилового эфира.

4.6.2.2 К данному раствору прибавляют пипеткой (4.4.2) 250 мкл ГТМС-раствора (см. 4.3.2) и энергично встряхивают примерно в течение 30 с (см. А.7).

4.6.2.3 Полученный раствор (4.6.2.2) готов для инжектирования в газовый хроматограф. Поскольку метиловые эфиры свободных жирных кислот образуются только при инжектировании, то необходима температура инжектора около 250 °С (см. А.2 и А.7).

Если необходимо разбавить раствор перед инжектированием, то используют смесь третбутилметилового эфира (4.3.1) и метанола (9 : 1) для избежания осаждения ГТМС.

[2)] Триметилсульфония гидроксид (артикль 70152) можно получить от компании Macherey-Nagel GmbH Co., D-52313 Düren. Приведенная информация дается только для удобства пользователей настоящего стандарта.

5 Метод переэтерификации

Предостережение. Описанный метод включает применение потенциально вредных реактивов. Необходимо предпринимать обычные меры предосторожности для защиты глаз и для защиты от опасности разъедающих химических ожогов. Метанольный раствор гидроксида калия ядовит.

5.1 Сущность метода

Глицериды растворяют в изооктане и превращают в метиловые эфиры путем переэтерификации с использование гидроксида калия. После завершения реакции гидроксид калия нейтрализуют гидросульфатом натрия для предупреждения омыления метиловых эфиров.

5.2 Применимость

Данный экспресс-метод применим к пищевым жирам и маслам, содержащим жирные кислоты до С4, имеющих не более 2 % свободных жирных кислот (СЖК), и для определения масляной кислоты (С4) или капроновой кислоты (С6) методом ГЖХ с использованием внутреннего стандарта.

Для проб с более высоким содержанием свободных жирных кислот необходимо использовать избыток гидроксида калия. Поскольку свободные жирные кислоты и мыла не этерифицируются гидроксидом калия, метод можно использовать только для получения метиловых эфиров глицеридной части пробы.

Метод можно применять к соединениям, содержащим химические структурные элементы, приведенные в 3.2, но неизвестно, полностью ли происходит превращение в метиловые эфиры.

5.3 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты.

5.3.1 Калия гидроксид, метанольный раствор, 2 моль/л.

Поскольку гидроксид калия на практике содержит примерно 15 % воды, выполняют следующее.

Растворяют при слабом нагревании 13,1 г гидроксида калия в 100 мл абсолютного метанола.

Прибавляют некоторое количество безводного сернокислого натрия к раствору для его сушки, затем отфильтровывают для получения прозрачного раствора. Если раствор будет храниться продолжительное время, может образоваться небольшое количество белого осадка карбоната натрия, что не окажет влияния на получение метиловых эфиров при использовании прозрачной отстоявшейся жидкости.

5.3.2 Изооктан (2,2,4-триметилпентан) хроматографического качества (см. А.2).

5.3.3 Моногидрат гидросульфата натрия.

5.3.4 Основной раствор внутреннего стандарта используется только для определения масляной и/или капроновой кислоты.

Взвешивают с точностью до 0,1 мг примерно 250 мг метилового эфира валерьяновой кислоты в мерной колбе вместимостью 50 мл. Используют изооктан (5.3.2) для растворения образца и разбавления до метки.

5.3.5 Эталонный раствор внутреннего стандарта используется только для определения масляной и/или капроновой кислоты.

Вводят 10 мл основного раствора (5.3.4) в мерную колбу вместимостью 100 мл и разбавляют до метки изооктаном (5.3.2). Рассчитывают концентрацию данного эталонного раствора (см. А.8).

5.4 Аппаратура

Применяют обычное лабораторное оборудование:

5.4.1 Пробирка вместимостью 5 мл с притертой стеклянной пробкой.

5.4.2 Градуированная пипетка или пипетка-дозатор вместимостью 4 мл и/или мерная пипетка вместимостью 4 мл.

5.4.3 Пипетка или автоматическая пипетка вместимостью 200 мкл.

5.4.4 Сосуд вместимостью 4 мл с закручивающейся крышкой.

5.4.5 Мерные колбы вместимостью 50 мл и 100 мл.

5.5 Подготовка исследуемой пробы

Исследуемая проба должна быть жидкой, безводной и прозрачной. Подготовка проводится в соответствии с ИСО 661, но нагревать пробу необходимо до температуры плавления.

5.6 Методика

5.6.1 Исследуемая проба

Взвешивают в пробирке (5.4.1) примерно 60 мг исследуемой пробы. Для определения масляной и/или капроновой кислоты взвешивают исследуемую пробу с точностью до 0,1 мг.

5.6.2 Получение метиловых эфиров

5.6.2.1 Прибавляют пипеткой или пипеткой-дозатором (5.4.2) 4 мл изооктана (5.3.2) и растворяют пробу при слабом нагревании, если необходимо.

Используют мерную пипетку (5.4.2) для прибавления 4 мл эталонного раствора (5.3.5) вместо изооктана для определения масляной и/или капроновой кислоты.

5.6.2.2 Прибавляют пипеткой (5.4.3) 200 мкл метанольного раствора гидроксида калия (5.3.1) и закрывают пробкой пробирку. Энергично встряхивают смесь примерно в течение 30 с. После начального помутнения из-за отделения глицерина реакционная смесь становится прозрачной.

5.6.2.3 К раствору прибавляют примерно 1 г моногидрата гидросульфата натрия (5.3.3) и энергично встряхивают для нейтрализации гидроксида калия.

5.6.2.4 После осаждения соли декантируют верхний слой, содержащий метиловые эфиры в сосуд вместимостью 4 мл (5.4.4).

Полученный изооктановый раствор будет содержать примерно 15 мг/мл метиловых эфиров и может быть инжектирован следующим образом:

a) непосредственно на упакованную колонку для газожидкостной хроматографии (см. A.5);

b) после соответствующего разбавления изооктаном для систем капиллярных колонок перед введением (см. A.6);

c) после разбавления низкокипящим растворителем, таким как гептан, для особого случая инжектирования на капиллярную колонку.

6 Точность

Результаты межлабораторного испытания сравнения трех различных методик приготовления метиловых эфиров приведены в приложении B. Значения повторяемости или воспроизводимости не были рассчитаны, поскольку указанные значения зависят не только от приготовления метиловых эфиров, но также от используемых колонок, условий ГЖХ и используемой в ГЖХ установки.

Приложение А
(обязательное)

Общие аналитические методики

А.1 Приготовление BF_3

При необходимости приготовление метанольного раствора трехфтористого бора проводят следующим образом:

Предостережение. Работать в вытяжном шкафу.

Взвешивают колбу вместимостью 2 л, содержащую 1 л метанола, и охлаждают ее в бане со льдом. Выдерживают колбу в бане, барботируют BF_3 из баллона через стеклянную трубку до погружения последней в метанол и до ее удаления для предупреждения попадания любой жидкости при возвращении в систему расширения газа. Газ не должен образовывать белых паров при слишком быстром удалении из колбы.

Реактив остается устойчивым в течение 2 лет при хранении в холодильнике.

А.2 Реактивы

Реактивы не должны давать пиков, которые препятствуют определению пиков метиловых эфиров жирных кислот в процессе ГЖХ.

При ГЖХ метиловых эфиров некоторые реактивы могут давать неожиданные пики на хроматограмме. В частности, в процессе продолжительного хранения метанольный раствор трехфтористого бора образует компоненты, которые препятствуют определению пиков в области кислот от С20 до С22.

Следовательно, любую новую партию реактивов или растворителя следует проверять путем приготовления метиловых эфиров чистой олеиновой кислоты и хроматографированием. При появлении любых лишних пиков реактивы следует браковать.

А.3 Омыление

При омылении для класса масел, таких как касторовые масла, которые растворимы в метаноле, не будет наблюдаться никаких капель масла.

Поэтому прозрачность раствора не является доказательством полноты прохождения реакции.

А.4 Неомыляемое вещество

Если неомыляемое вещество не удаляется и присутствует в существенных количествах, оно может мешать последующему анализу. В таком случае необходимо дополнить описанный метод следующими операциями.

Разбавляют дистиллированной водой раствор, полученный после омыления, и экстрагируют неомыляемое вещество диэтиловым эфиром, гексаном или легким петролейным эфиром. Подкисляют водный раствор и экстрагируют жирные кислоты изооктаном или гексаном. Получают из них метиловые эфиры, как описано в 3.6.3 или 4.6.2.

А.5 Хранение раствора метилового эфира

Эфиры следует исследовать как можно быстрее. Если необходимо, изооктановый раствор, содержащий метиловые эфиры, может храниться под инертным газом в холодильнике.

При продолжительном хранении рекомендуется защищать метиловые эфиры от самоокисления путем прибавления к раствору антиоксиданта в такой концентрации, чтобы он не мешал последующему исследованию, например 0,05 г раствора ВНТ (2,6-ди-третбутил-4-метилфенол).

Метиловые эфиры, содержащие метиловый эфир масляной кислоты, должны храниться только в герметичных ампулах, и, если необходимо, следует принимать особые меры предосторожности для предупреждения любых потерь при заполнении и запечатывании ампул.

А.6 Хранение безводных метиловых эфиров

Безводные метиловые эфиры без растворителя должны исследоваться незамедлительно. Если необходимо, они могут храниться в течение 24 ч под инертным газом в холодильнике или при продолжительном хранении под вакуумом в герметично закрытой пробирке в морозильнике.

А.7 ГТМС-метод

Свободные жирные кислоты взаимодействуют с ГТМС с образованием соответствующих солей, которые превращаются в метиловые эфиры и диметилсульфид в инжекторе.

Для предупреждения блокировки капилляр разделительного отверстия должен иметь широкий внутренний диаметр. Иначе его придется чистить путем нагревания или промывания растворителем.

Если метиловый эфир валерьяновой кислоты используется в качестве внутреннего стандарта, то его следует прибавлять непосредственно к третбутилметиловому эфиру, который используется для растворения образца (от 0,5 до 1,0 мг/мл).

А.8 Количество метиловых эфиров

Если жирные кислоты необходимо определять количественно методом ГЖХ с использованием внутреннего стандарта, то важно взвесить исследуемую пробу с точностью, равной 0,1 мг. Результаты тогда будут представлены в виде массовой доли жирных кислот в жире или масле. Это не согласуется с результатами, полученными методом внутреннего стандарта.

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Совместное международное исследование проводилось в 1995 г. В данном испытании принимали участие восемь лабораторий и были исследованы восемь образцов с различным содержанием свободных жирных кислот. Целью данного испытания было определение применения трех различных методов для получения метиловых эфиров из различных видов жиров и масел и для определения содержания свободных жирных кислот. Результаты приведены в таблицах В.1 – В.8. Представлены минимальные и максимальные значения, а также средние значения и стандартные отклонения для основных жирных кислот.

Таблица В.1 – Очищенное кокосовое масло (FFA* = 0,03 %)

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	6:0	0,3	0,6	0,5	0,1
C	8:0	5,6	7,8	6,7	0,7
C	10:0	5,3	6,0	5,6	0,3
C	12:0	46,0	47,6	46,8	0,6
C	14:0	17,7	19,1	18,3	0,4
C	16:0	9,0	9,7	9,4	0,3
C	18:0	2,7	3,0	2,9	0,1
C	18:1	7,4	7,9	7,7	0,2
C	18:2	1,9	2,2	2,0	0,1
C	20:0	0,1	0,1	0,1	0,0
C	20:1	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		96,1	104,0	100,0	2,8
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	6:0	0,5	0,7	0,6	0,1
C	8:0	7,1	8,5	7,8	0,5
C	10:0	5,6	6,3	6,0	0,2
C	12:0	45,8	47,6	46,7	0,7
C	14:0	16,4	17,9	17,4	0,5
C	16:0	8,5	9,4	8,9	0,3
C	18:0	2,5	3,2	2,8	0,2
C	18:1	6,8	7,9	7,4	0,4
C	18:2	1,6	2,6	2,1	0,3
C	20:0	0,1	0,3	0,2	0,1
C	20:1	0,0	0,5	0,1	0,2
Сумма		95,0	104,9	100,0	3,7
Метод переэтерификации (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	6:0	0,5	0,7	0,6	0,1
C	8:0	6,5	9,3	7,4	0,6
C	10:0	5,4	7,1	5,9	0,3
C	12:0	45,8	52,0	46,8	0,7
C	14:0	16,7	18,6	18,0	0,4
C	16:0	6,6	9,5	9,1	0,3
C	18:0	1,7	3,0	2,8	0,2
C	18:1	4,7	8,0	7,5	0,3
C	18:2	1,1	2,2	1,9	0,1
C	20:0	0,0	0,1	0,1	0,0
C	20:1	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		89,1	110,7	100,0	3,1

* Свободные жирные кислоты.

Таблица В.2 – Очищенное соевое масло (FFA = 0,06 %)

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	14:0	0,0	0,1	0,0	0,0
C	16:0	10,4	11,0	10,6	0,2
C	16:1	0,0	0,1	0,1	0,0
C	17:0	0,1	0,2	0,1	0,0
C	18:0	3,6	3,9	3,7	0,1
C	18:1	20,7	21,0	20,9	0,1
C	18:2	54,5	55,7	55,2	0,4
C	18:3	7,9	9,0	8,4	0,4
C	20:0	0,3	0,5	0,4	0,1
C	20:1	0,2	0,3	0,2	0,1
C	22:0	0,3	0,4	0,4	0,0
C	24:0	0,0	0,2	0,1	0,1
Сумма		98,0	102,4	100,0	1,6
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	14:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	16:0	10,5	11,3	10,7	0,3
C	16:1	0,0	0,1	0,1	0,1
C	17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	18:0	3,6	3,8	37	0,1
C	18:1	20,6	22,5	21,2	0,7
C	18:2	53,4	55,7	54,8	0,9
C	18:3	7,7	9,0	8,3	0,4
C	20:0	0,3	0,6	0,4	0,1
C	20:1	0,1	0,7	0,3	0,2
C	22:0	0,3	0,5	0,4	0,1
C	24:0	0,0	0,2	0,1	0,1
Сумма		96,5	104,8	100,0	3,1
Метод переэтерификации (8 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	14:0	0,0	0,1	0,1	0,0
C	16:0	10,1	12,1	10,7	0,6
C	16:1	0,0	0,1	0,1	0,0
C	17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	18:0	3,4	4,0	3,7	0,2
C	18:1	20,4	21,4	20,8	0,3
C	18:2	54,7	56,2	55,2	0,5
C	18:3	8,1	9,0	8,5	0,3
C	20:0	0,3	0,5	0,4	0,1
C	20:1	0,1	0,3	0,2	0,1
C	22:0	0,1	0,4	0,3	0,1
C	24:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		97,2	104,3	100,0	2,4

Таблица В.3 – Очищенное растительное масло (FFA = 0,3 %)

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	8:0	0,4	0,6	0,5	0,1
C	10:0	0,4	0,5	0,5	0,0
C	12:0	5,0	5,5	5,3	0,1
C	14:0	3,1	3,2	3,2	0,0
C	16:0	49,2	50,6	50,0	0,5
C	17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	18:0	37,8	39,6	38,9	0,6
C	18:1	0,1	0,8	0,5	0,3
C	18:2	0,0	0,2	0,1	0,1
C	20:0	0,6	0,7	0,6	0,0
C	22:0	0,3	0,4	0,3	0,1
C	24:0	0,0	0,1	0,1	0,1
Сумма		96,9	102,4	100,0	1,9
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	8:0	0,3	0,9	0,6	0,2
C	10:0	0,4	0,6	0,5	0,1
C	12:0	5,2	7,0	5,7	0,7
C	14:0	3,1	3,3	3,2	0,1
C	16:0	47,8	50,1	49,2	0,8
C	17:0	0,0	1,0	0,3	0,4
C	18:0	37,5	39,2	38,3	0,7
C	18:1	0,2	1,0	0,7	0,3
C	18:2	0,0	0,9	0,3	0,4
C	20:0	0,5	0,7	0,6	0,1
C	22:0	0,3	0,7	0,4	0,2
C	24:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		95,2	105,6	100,0	3,8
Метод переэтерификации (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	8:0	0,5	0,8	0,5	0,1
C	10:0	0,4	0,6	0,5	0,0
C	12:0	5,0	6,6	5,4	0,2
C	14:0	3,1	3,6	3,2	0,1
C	16:0	49,5	51,0	50,2	0,5
C	17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	18:0	36,7	40,0	38,4	0,6
C	18:1	0,1	0,9	0,6	0,3
C	18:2	0,0	0,2	0,0	0,1
C	20:0	0,5	0,7	0,6	0,0
C	22:0	0,0	0,4	0,4	0,1
C	24:0	0,0	0,1	0,0	0,1
Сумма		95,7	105,1	100,0	2,0

Таблица В.4 – Неочищенное растительное масло (FFA = 6,4 %)

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	12:0	0,1	0,2	0,1	0,0
C	14:0	1,0	1,1	1,0	0,0
C	16:0	43,3	45,1	43,8	0,6
C	16:1	0,0	0,2	0,1	0,1
C	17:0	0,1	0,1	0,1	0,0
C	18:0	4,5	4,8	4,7	0,1
C	18:1	38,4	39,3	38,9	0,4
C	18:2	9,9	10,8	10,3	0,3
C	18:3	0,2	0,5	0,3	0,1
C	20:0	0,4	0,5	0,4	0,0
C	20:1	0,1	0,2	0,1	0,1
C	22:0	0,0	0,1	0,1	0,0
Сумма		97,9	102,9	100,0	1,7
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	12:0	0,1	1,2	0,5	0,4
C	14:0	1,0	1,3	1,1	0,1
C	16:0	42,6	45,4	43,7	1,0
C	16:1	0,0	0,2	0,1	0,1
C	17:0	0,0	1,5	0,3	0,6
C	18:0	4,4	6,1	4,8	0,6
C	18:1	37,5	38,9	38,4	0,6
C	18:2	9,1	10,9	10,0	0,6
C	18:3	0,2	0,8	0,4	0,2
C	20:0	0,3	0,7	0,5	0,1
C	20:1	0,0	0,3	0,1	0,1
C	22:0	0,0	0,6	0,1	0,2
Сумма		95,3	108,0	100,0	4,7
Метод переэтерификации (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	12:0	0,0	0,2	0,1	0,0
C	14:0	1,0	1,1	1,0	0,0
C	16:0	43,2	45,9	43,7	0,6
C	16:1	0,0	0,2	0,1	0,1
C	17:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	18:0	4,4	4,9	4,7	0,2
C	18:1	38,3	39,6	39,1	0,5
C	18:2	9,9	10,8	10,3	0,3
C	18:3	0,0	0,5	0,3	0,1
C	20:0	0,3	0,5	0,4	0,0
C	20:1	0,0	0,2	0,1	0,0
C	22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		97,0	104,2	100,0	1,9

Таблица В.5 – Неочищенный рыбий жир (FFA = 3,8 %)

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	12:0	0,0	1,0	0,2	0,4
C	14:0	7,0	8,7	7,9	0,6
C	14:1	0,0	1,0	0,2	0,3
C	15:0	0,0	0,5	0,4	0,2
C	16:0	15,9	20,4	18,2	1,6
C	16:1	8,2	9,7	8,9	0,5
C	16:2	0,0	2,1	0,8	1,1
C	16:3	0,0	1,7	0,7	0,9
C	16:4	0,0	2,6	1,0	1,3
C	17:0	0,0	1,6	0,8	0,6
C	17:1	0,0	1,6	0,3	0,6
C	18:0	3,3	6,0	4,1	0,9
C	18:1	12,1	13,6	13,0	0,5
C	18:2	1,3	2,4	1,7	0,4
C	18:3	0,6	2,0	1,1	0,4
C	18:4	0,0	3,2	2,2	1,0
C	20:0	0,3	0,9	0,4	0,2
C	20:1	0,0	2,3	1,8	0,8
C	20:2	0,0	0,4	0,2	0,2
C	20:3	0,0	1,3	0,4	0,5
C	20:4	0,8	1,6	1,2	0,4
C	20:5	17,0	18,9	18,2	0,7
C	22:0	0,0	0,9	0,2	0,3
C	22:1	2,1	2,6	2,4	0,2
C	22:2	0,0	0,8	0,2	0,4
C	22:4	0,0	0,8	0,3	0,3
C	22:5	2,2	2,5	2,3	0,1
C	22:6	9,8	10,9	10,4	0,3
C	24:0	0,0	0,3	0,1	0,1
C	24:1	0,0	0,5	0,3	0,3
Сумма		80,8	123,0	100,0	16,1
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	12:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	14:0	7,4	9,6	8,6	0,9
C	14:1	0,0	0,6	0,2	0,2
C	15:0	0,0	0,6	0,4	0,2
C	16:0	16,2	21,5	18,8	1,9
C	16:1	8,5	10,2	9,2	0,6
C	16:2	0,0	1,8	0,8	0,9
C	16:3	0,0	1,8	0,6	0,9

Продолжение таблицы В.5

Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	16:4	0,0	2,1	0,4	0,9
C	17:0	0,4	1,6	0,9	0,5
C	17:1	0,0	1,2	0,2	0,5
C	18:0	3,6	6,5	4,3	1,1
C	18:1	12,9	14,3	13,6	0,5
C	18:2	1,3	1,7	1,5	0,2
C	18:3	0,6	2,4	1,3	0,8
C	18:4	0,0	2,6	2,0	1,0
C	20:0	0,2	1,9	0,6	0,6
C	20:1	0,0	2,6	1,8	0,9
C	20:2	0,0	0,7	0,2	0,3
C	20:3	0,0	0,8	0,2	0,3
C	20:4	0,8	1,4	0,9	0,2
C	20:5	16,7	19,4	17,8	1,3
C	22:0	0,0	0,8	0,2	0,3
C	22:1	0,0	3,0	1,9	1,1
C	22:2	0,0	2,3	0,7	0,9
C	22:4	0,0	0,7	0,3	0,3
C	22:5	1,9	2,6	2,3	0,3
C	22:6	8,9	11,1	9,9	0,9
C	24:0	0,0	0,3	0,1	0,1
C	24:1	0,0	0,9	0,2	0,4
Сумма		79,4	127,4	100,0	19,1
Метод переэтерификации (8 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	12:0	0,0	0,1	0,1	0,1
C	14:0	6,5	10,7	8,5	1,4
C	14:1	0,0	0,3	0,2	0,1
C	15:0	0,0	0,6	0,4	0,2
C	16:0	15,9	20,8	18,5	1,8
C	16:1	7,6	10,3	9,0	0,9
C	16:2	0,0	2,2	0,6	0,9
C	16:3	0,0	1,8	0,7	0,8
C	16:4	0,0	2,6	0,6	1,2
C	17:0	0,4	1,8	1,1	0,6
C	17:1	0,0	2,7	0,7	1,0
C	18:0	0,0	4,3	3,3	1,4
C	18:1	12,6	13,7	13,2	0,4
C	18:2	1,3	2,7	1,7	0,5
C	18:3	0,6	1,7	0,9	0,4
C	18:4	0,0	3,4	2,3	1,0

Окончание таблицы В.5

Метод переэтерификации (8 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	20:0	0,2	0,8	0,4	0,2
C	20:1	0,0	2,4	1,7	0,8
C	20:2	0,0	0,6	0,2	0,2
C	20:3	0,0	0,9	0,2	0,4
C	20:4	0,8	1,6	1,1	0,3
C	20:5	16,6	20,2	18,8	1,1
C	22:0	0,0	0,7	0,1	0,2
C	22:1	0,0	2,8	1,8	1,0
C	22:2	0,0	2,3	0,5	0,8
C	22:4	0,0	0,8	0,3	0,4
C	22:5	1,9	2,6	2,3	0,2
C	22:6	8,9	15,3	10,7	1,9
C	24:0	0,0	0,3	0,0	0,1
C	24:1	0,0	0,8	0,2	0,3
Сумма		73,3	132,1	100,1	20,6

Таблица В.6 – Смесь масла и жирных кислот (FFA = 70 %)

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	6:0	0,2	0,4	0,3	0,1
C	8:0	3,0	3,8	3,5	0,3
C	10:0	2,9	3,3	3,1	0,1
C	12:0	27,3	30,7	28,3	1,2
C	14:0	10,1	11,1	10,5	0,3
C	16:0	20,2	21,3	20,8	0,4
C	16:1	0,0	0,4	0,3	0,1
C	18:0	4,9	5,6	5,3	0,2
C	18:1	18,6	21,1	20,2	0,9
C	18:2	5,9	7,0	6,4	0,4
C	18:3	0,2	0,3	0,2	0,0
C	20:0	0,3	0,4	0,3	0,1
C	20:1	0,2	0,5	0,3	0,1
C	22:0	0,0	0,4	0,2	0,1
C	22:1	0,0	0,4	0,2	0,1
Сумма		93,9	106,7	100,0	4,6
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (5 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	6:0	0,0	0,6	0,5	0,1
C	8:0	0,3	4,8	4,4	0,4
C	10:0	2,1	3,7	3,5	0,2
C	12:0	10,0	30,2	29,0	0,9
C	14:0	7,7	10,6	10,1	0,4
C	16:0	19,8	26,4	20,5	0,6
C	16:1	0,0	0,3	0,1	0,2
C	18:0	5,0	9,1	5,4	0,5
C	18:1	15,3	32,7	18,5	2,0
C	18:2	5,5	10,2	6,4	0,6
C	18:3	0,2	0,6	0,4	0,2
C	20:0	0,3	0,8	0,4	0,1
C	20:1	0,2	0,5	0,3	0,1
C	22:0	0,0	0,5	0,3	0,1
C	22:1	0,0	0,8	0,3	0,3
Сумма		66,4	131,8	100,0	6,7

Таблица В.7 – Свиной жир

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	10:0	0,0	0,1	0,1	0,0
C	12:0	0,0	0,1	0,1	0,0
C	14:0	1,5	1,7	1,6	0,1
C	16:0	24,2	25,6	24,8	0,5
C	16:1	2,6	3,6	3,0	0,3
C	17:0	0,3	0,4	0,3	0,0
C	17:1	0,3	0,4	0,3	0,0
C	18:0	13,0	13,9	13,4	0,4
C	18:1	41,9	44,3	43,2	0,7
C	18:2	10,3	11,3	10,6	0,3
C	18:3	0,9	1,4	1,0	0,2
C	20:0	0,2	0,8	0,3	0,2
C	20:1	0,5	1,1	0,9	0,2
C	20:2	0,0	0,5	0,4	0,2
C	22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		95,7	105,3	100,0	3,3
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	10:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	12:0	0,0	1,5	0,3	0,6
C	14:0	1,5	1,8	1,6	0,1
C	16:0	22,1	25,4	24,2	1,2
C	16:1	2,6	3,3	3,0	0,2
C	17:0	0,3	0,5	0,4	0,1
C	17:1	0,2	0,5	0,3	0,1
C	18:0	12,6	13,7	13,3	0,4
C	18:1	41,7	44,9	43,2	1,1
C	18:2	9,8	11,5	10,5	0,6
C	18:3	0,8	2,0	1,2	0,5
C	20:0	0,2	0,8	0,4	0,2
C	20:1	0,2	1,6	1,0	0,5
C	20:2	0,2	0,6	0,5	0,2
C	22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		92,3	108,4	100,0	6,0
Метод переэтерификации (8 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	10:0	0,0	0,1	0,1	0,1
C	12:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	14:0	1,5	1,6	1,6	0,1
C	16:0	23,6	25,4	24,6	0,7
C	16:1	2,6	3,4	3,0	0,3
C	17:0	0,3	0,4	0,3	0,0
C	17:1	0,2	0,4	0,3	0,1
C	18:0	12,8	13,7	13,2	0,3
C	18:1	42,9	44,3	43,5	0,5
C	18:2	10,3	11,2	10,7	0,3
C	18:3	0,8	1,5	1,1	0,3
C	20:0	0,2	0,8	0,4	0,3
C	20:1	0,6	1,2	0,9	0,2
C	20:2	0,0	0,5	0,3	0,2
C	22:0	0,0	0,1	0,0	0,0
Сумма		95,9	104,7	100,0	3,5

Таблица В.8 – Смесь масло какао и молочного жира (9 : 1)

Метод с использованием трехфтористого бора (7 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	4:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	6:0	0,1	0,2	0,2	0,1
C	8:0	0,1	0,1	0,1	0,0
C	10:0	0,2	0,3	0,2	0,1
C	12:0	0,3	0,4	0,3	0,0
C	14:0	1,1	1,6	1,2	0,2
C	14:1	0,0	0,1	0,1	0,0
C	15:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	16:0	25,5	28,3	26,3	0,9
C	16:1	0,3	0,6	0,4	0,1
C	17:0	0,2	0,3	0,3	0,0
C	18:0	31,5	33,9	33,1	0,8
C	18:1	32,6	33,7	33,2	0,4
C	18:2	2,8	3,5	3,0	0,2
C	18:3	0,2	0,3	0,2	0,0
C	20:0	0,8	1,0	0,9	0,1
C	20:1	0,0	0,1	0,1	0,0
C	22:0	0,0	0,2	0,1	0,1
Сумма		95,7	105,0	100,0	3,3
Метод с использованием гидроксида триметилсульфония (6 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	4:0	0,0	0,4	0,2	0,2
C	6:0	0,2	0,4	0,3	0,1
C	8:0	0,0	0,4	0,2	0,2
C	10:0	0,3	0,4	0,3	0,0
C	12:0	0,3	0,6	0,4	0,1
C	14:0	1,1	1,8	1,3	0,2
C	14:1	0,0	0,2	0,1	0,1
C	15:0	0,0	0,8	0,3	0,3
C	16:0	25,4	27,3	26,2	0,6
C	16:1	0,3	0,7	0,5	0,1
C	17:0	0,3	0,3	0,3	0,0
C	18:0	28,7	33,7	32,3	1,9
C	18:1	31,8	33,1	32,7	0,5
C	18:2	2,8	5,3	3,5	1,0
C	18:3	0,2	0,5	0,3	0,1
C	20:0	0,9	1,3	1,0	0,2
C	20:1	0,0	0,1	0,1	0,1
C	22:0	0,0	0,3	0,2	0,1
Сумма		92,3	107,6	100,0	5,8

Окончание таблицы В.8

Метод переэтерификации (8 лабораторий)					
Метиловый эфир жирной кислоты		Мин.	Макс.	Среднее	Стандартное отклонение
C	4:0	0,0	0,4	0,2	0,2
C	6:0	0,1	0,3	0,2	0,1
C	8:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	10:0	0,2	0,4	0,3	0,1
C	12:0	0,3	0,7	0,4	0,1
C	14:0	1,1	1,7	1,2	0,2
C	14:1	0,0	0,2	0,1	0,1
C	15:0	0,0	0,2	0,1	0,1
C	16:0	25,5	27,9	26,4	0,8
C	16:1	0,3	0,7	0,4	0,1
C	17:0	0,0	0,4	0,3	0,1
C	18:0	31,4	33,8	32,9	0,8
C	18:1	32,4	33,5	33,2	0,4
C	18:2	2,7	3,6	2,9	0,3
C	18:3	0,0	0,3	0,2	0,1
C	20:0	0,0	1,1	0,8	0,3
C	20:1	0,0	0,1	0,0	0,0
C	22:0	0,0	0,78	0,2	0,2
Сумма		93,9	106,4	100,0	4,2

Библиография

[1] Bannon, Craske et al. J. Am. Oil Chem. Soc., 62, 1985, p. 150.

[2] Bannon, Craske et al. J. Am. Oil Chem. Soc., 64, 1987, p. 1413.

[3] Schulte and Weber. Fat Sci. Technol., 91, 1989, p. 181.

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 10.08.2007. Подписано в печать 14.09.2007. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,91 Уч.- изд. л. 1,01 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru