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