ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14105— 2008

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО И ОБЩЕГО ГЛИЦЕРИНА, МОНО-, ДИ-, ТРИГЛИЦЕРИДОВ (МЕТОД СРАВНЕНИЯ)

EN 14105:2003
Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents (Reference method) (IDT)

Издание официальное

БЗ 9—2008/316

Москва
Стандартинформ
2009

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 Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2008 г. № 691-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 14105:2003 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение содержания свободного глицерина, общего глицерина и моно-, ди-, триглицеридов методом внутреннего стандарта» [EN 14105:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents (Reference method)»].

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

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, 2009

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 Сущность метода 1
3 Реактивы и материалы 1
4 Аппаратура 3
5 Проведение испытания 3
6 Обработка результатов 4
7 Прецизионность 6
8 Протокол испытаний 7
Приложение А (справочное) Расчет калибровочной функции. Метод линейной регрессии 8
Приложение В (справочное) Рабочий пример 9
Приложение С (справочное) Хроматограмма образца сложного метилового эфира жирных кислот рапсового масла. Определение моно-, ди-, триглицеридов и свободного глицерина . 10
Приложение D (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 12
Приложение Е (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам 14
Библиография 15

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО И ОБЩЕГО ГЛИЦЕРИНА, МОНО-, ДИ-, ТРИГЛИЦЕРИДОВ (МЕТОД СРАВНЕНИЯ)

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME). Determination of free and total glycerol and mono-, di-, triglyceride contents (reference method)

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения свободного глицерина и моно-, ди-, триглицеридов, содержащихся в метиловых эфирах жирных кислот (FAME), предназначенных для добавления к минеральным маслам, и распространяется на FAME из рапсового, подсолнечного и соевого масел. Общее содержание глицерина рассчитывают из полученных результатов содержания свободного глицерина и моно-, ди-, триглицеридов.

Для FAME, произведенных из кокосового и пальмового масел, из-за частичного перекрывания пиков, настоящий метод непригоден.

Предупреждение — Применение настоящего стандарта связано с использованием в процессе определения опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Сущность метода

Настоящий метод заключается в превращении глицерина, моно-, ди-, триглицеридов в более летучие силильные производные в присутствии пиридина и N-метил-N-(триметилсилил)трифторацетамида (MSTFA).

Анализ силильных производных осуществляют методом газовой хроматографии на короткой капиллярной колонке с тонким слоем неподвижной фазы, с инжектором ввода образца в колонку с пламенно-ионизационным детектором или на аналогичном оборудовании.

После проведения процедуры калибровки испытание образца выполняют в присутствии двух внутренних стандартов:

- 1,2,4-бутантриола, предназначенного для определения свободного глицерина;
- 1,2,3-трикапроилглицерина (трикаприна), предназначенного для определения моно-, ди- и триглицеридов.

3 Реактивы и материалы

Следует использовать реактивы только высоких классов чистоты, за исключением специально оговоренных.

3.1 N-метил-N-(триметилсилил)трифторацетамид (MSTFA).

3.2 Пиридин, который следует хранить над молекулярным ситом.

3.3 *н*-Гептан.

Издание официальное

3.4 1,2,4-Бутантриол (внутренний стандарт № 1).

3.5 1,2,3-Трикапроилглицерин (трикаприн) (внутренний стандарт № 2).

3.6 Стандартные образцы: глицерин, 1-моноолеоилглицерин (моноолеин), 1,3-диолеоилглицерин (диолеин), 1,2,3-триолеоилглицерин (триолеин) со степенью чистоты, отвечающей требованиям газожидкостной хроматографии (GLC).

3.7 Внутренний стандарт № 1, исходный раствор концентрацией 1 мг/см^3.

Аккуратно взвешивают приблизительно 50 мг (с точностью до 0,1 мг) 1,2,4-бутантриола (3.4) в мерной колбе вместимостью 50 см^3 (4.4) и доводят до метки пиридином (3.2).

3.8 Внутренний стандарт № 2, исходный раствор концентрацией 8 мг/см^3.

Аккуратно взвешивают приблизительно 80 мг (с точностью до 0,1 мг) 1,2,3-трикапроилглицерина (3.5) в мерной колбе вместимостью 10 см^3 (4.5) и доводят до метки пиридином (3.2).

3.9 Исходный раствор глицерина концентрацией 0,5 мг/см^3.

Взвешивают 50 мг (с точностью до 0,1 мг) глицерина (3.6) в мерной колбе вместимостью 10 см^3 (4.5) и доводят до метки пиридином (3.2). Используя пипетку (4.7), переносят 1 см^3 этого раствора в мерную колбу вместимостью 10 см^3 (4.5) и доводят до метки пиридином (3.2).

3.10 Исходные растворы глицеридов концентрацией 5 мг/см^3.

Взвешивают 50 мг (с точностью не менее 0,1 мг) каждого стандартного глицерида — моно-, ди- и триолеина (3.6) в мерные колбы вместимостью 10 см^3 (4.5) и доводят до метки пиридином (3.2).

3.11 Моноглицериды[1)], товарная смесь.

В этой смеси монопальмитоилглицерин (монопальмитин), моностеароилглицерин (моностеарин) и моноолеоилглицерин (моноолеин) присутствуют в равных по массе количествах.

Готовят исходный раствор этой смеси, взвешивая приблизительно 100 мг в мерной колбе вместимостью 10 см^3 (4.5), и доводят до метки пиридином (3.2).

3.12 Калибровочные растворы

Готовят ежедневно четыре калибровочных раствора, помещая с помощью микрошприцев (4.8 и 4.9) в ампулы (4.6) объемы исходных растворов стандартных образцов (3.9 и 3.10) и внутренних стандартов (3.7 и 3.8), указанные в таблице 1. Выбор подходящих шприцев должен быть сделан в соответствии с таблицей 1. Не следует максимально заполнять шприцы, следует переносить необходимый объем в два приема (т.е. в случае перенесения 100 мкл используют шприц вместимостью 100 мкл, загружая его дважды по 50 мкл). Следует убедиться, что игла и сам шприц свободны от пузырьков воздуха, а объемы измеряют только по разности (например, когда готовят 80 мкл, то заполняют шприц до 100 мкл и сливают раствор до метки 20 мкл).

Примечание — Стандартные растворы силильных производных стабильны в течение суток.

Таблица 1 — Приготовление калибровочных растворов

Калибровочный раствор	1	2	3	4	Вместимость шприца, мкл
Глицерин, мкл	10	40	70	100	100
Моноолеин, мкл	50	120	190	250	500
Диолеин, мкл	10	40	70	100	100
Триолеин, мкл	10	30	60	80	100
Внутренний стандарт № 1, мкл	80	80	80	80	100
Внутренний стандарт № 2, мкл	100	100	100	100	500

3.13 Газ-носитель: водород или гелий.

3.14 Вспомогательные газы:

- воздух;
- водород.

[1)] Продукты поставляются, например, компанией SIGMA, номер по каталогу — 178-8. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

4 Аппаратура

Стандартное лабораторное оборудование:

4.1 Газовый хроматограф, снабженный инжектором ввода образца в колонку или аналогичным устройством, термостатом с программированием температуры и пламенно-ионизационным детектором.

4.2 Капиллярная колонка, которую можно программировать до 400 °С (высокотемпературного типа), со следующими характеристиками:

- неподвижная фаза — 100 % диметилполисилоксан или смесь 95 % диметилполисилоксана с 5 % дифенилполисилоксана;
- длина — 10 м;
- внутренний диаметр — 0,32 мм;
- толщина пленки неподвижной фазы — 0,1 мкм.

4.3 Условия проведения анализа

Условия хроматографического анализа выбирают с учетом характеристики используемой колонки и типа газа-носителя (водорода или гелия). Для обеспечения элюирования триглицеридов рекомендуемое время анализа должно быть не менее 30 мин.

Ниже приведены в качестве примера ориентировочные условия проведения анализа:

температура колонки — 50 °С поддерживают в течение 1 мин;
затем нагревают до 180 °С со скоростью 15 °С/мин;
затем нагревают до 230 °С со скоростью 7 °С/мин;
затем нагревают до 370 °С со скоростью 10 °С/мин;
конечную температуру поддерживают в течение 5 мин;

температура детектора — 380 °С;

давление газа-носителя (водорода) — 80 кПа;

объем вводимой пробы — 1 мкл.

4.4 Мерная колба вместимостью 50 $см^3$.

4.5 Мерная колба вместимостью 10 $см^3$.

4.6 Ампула (виала) с завинчивающейся пробкой с прокладкой, покрытой политетрафторэтиленом (PTFE), вместимостью 10 $см^3$.

4.7 Поверенная пипетка вместимостью 1 $см^3$.

4.8 Микрошприц вместимостью 100 мкл.

4.9 Микрошприц вместимостью 500 мкл.

4.10 Микрошприц вместимостью 1 мкл, предназначенный для ввода пробы в колонку.

4.11 Мерный цилиндр вместимостью 10 $см^3$.

4.12 Аналитические весы с погрешностью взвешивания ($\pm$ 0,1) мг.

5 Проведение испытания

5.1 Приготовление и анализ калибровочных растворов

Используя микрошприц (4.8), добавляют 100 мкл MSTFA (3.1) в каждый из четырех калибровочных растворов (3.12), закрывают герметично ампулы и энергично встряхивают, при этом избегают контакта с влагой. Выдерживают 15 мин при комнатной температуре, затем добавляют 8 $см^3$ *н*-гептана (3.3), используя мерный цилиндр (4.11). Анализируют 1 мкл каждой реакционной смеси методом газовой хроматографии при условиях, указанных в 4.3. Каждую реакционную смесь анализируют дважды. Образцы стабильны в течение нескольких часов после завершения реакции.

5.2 Приготовление и анализ товарной смеси моноглицеридов

Используя микрошприцы (4.8 и 4.9), переносят 200 мкл товарной смеси моноглицеридов, растворенной в пиридине (3.11), и 100 мкл MSTFA (3.1) в ампулу вместимостью 10 $см^3$ (4.6). Избегают контакта с влагой. Закрывают герметично ампулу и энергично встряхивают. Выдерживают 15 мин при комнатной температуре, затем добавляют 8 $см^3$ *н*-гептана (3.3). Анализируют 1 мкл смеси методом газовой хроматографии при условиях, указанных в 4.3.

5.3 Отбор проб

В настоящем стандарте не описан метод отбора проб. Отбор проб рекомендуется проводить в соответствии со стандартом [1].

5.4 Приготовление и анализ образцов

Взвешивают приблизительно 100 мг гомогенизированного образца, помещают в ампулу вместимостью 10 см^3 (4.6). Используя микрошприцы (4.8 и 4.9), добавляют 80 мкл внутреннего исходного стандартного раствора № 1 (3.7), 100 мкл внутреннего исходного стандартного раствора № 2 (3.8) и 100 мкл MSTFA (3.1). Избегают контакта с влагой. Закрывают герметично ампулу и энергично встряхивают. Раствор выдерживают 15 мин при комнатной температуре, затем добавляют 8 см^3 *н*-гептана (3.3). Анализируют 1 мкл реакционной смеси методом газовой хроматографии при условиях по 4.3.

Для анализа берут две порции образца, каждую порцию анализируют методом газовой хроматографии. Порции образцов стабильны в течение нескольких часов после завершения реакции.

5.5 Идентификация

Анализ калибровочных растворов при тех же условиях, что были использованы для анализа образца, позволяет идентифицировать пики путем сравнения времени удерживания. За счет перекрывания зон элюирования метиловых эфиров и моноглицеридов рекомендуется для идентификации пиков моноглицеридов ввести товарную смесь, содержащую монопальмитин, моностеарин и моноолеин (3.11), анализ которой был проведен в 5.2.

Хроматограмма образца метилового эфира рапсового масла, полученная при условиях анализа, описанных в 4.3 и 5.4, представлена в приложении С (рисунки С.1 — С.4). Относительные времена удерживания, соответствующие различным пикам, площади которых были суммированы, приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Относительные времена удерживания (RRT) глицерина и глицеридов

Соединение	Относительное время удерживания/внутренний стандарт № 1(RRT/IS 1)	Относительное время удерживания/внутренний стандарт № 2(RRT/IS 2)
Глицерин	0,75	—
1,2,4-бутантриол (внутренний стандарт № 1— IS 1)	1,00	—
Монопальмитин	—	0,61
Моноолеин, монолинолеин, монолиноленин	—	0,68
Моностеарин	—	0,69
Трикаприн (внутренний стандарт № 2 — IS 2)	—	1,00
Диглицериды	—	От 1,19 до 1,30
Триглицериды	—	От 1,56 до 1,65

5.6 Построение калибровочных кривых

Анализ изменения соотношений масс в зависимости от соотношения площадей пиков дает возможность проверить линейность сигнала и построить калибровочную кривую для каждого стандартного вещества (моноолеин, диолеин и триолеин).

6 Обработка результатов

6.1 Суммирование площадей пиков

Приведенные ниже калибровочные уравнения (6.2 и 6.3) могут быть использованы только для диапазонов содержания соединений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 — Диапазоны содержания соединений

Соединение	Соотношение масс соединений (m/m_{ei})	Содержание соединения, % масс.
Глицерин	От 0,06 до 0,62	От 0,005 до 0,05
Моноглицериды	От 0,31 до 1,56	От 0,25 до 1,25
Диглицериды	От 0,06 до 0,62	От 0,05 до 0,5
Триглицериды	От 0,06 до 0,50	От 0,05 до 0,4

На хроматограмме каждой группы глицеридов присутствуют небольшие пики (приложение С), которые должны быть суммированы и для которых калибровочные уравнения не могут быть применены из-за их диапазонов, не соответствующих таблице 3. Настоящий метод позволяет рассчитать массовую долю моно-, ди- и триглицеридов (6.5) путем суммирования площадей пиков для каждой группы соединений, теоретически же метод позволяет, при необходимости, рассчитать процентное содержание каждого пика глицерида, взятого индивидуально.

Рассмотрение площадей двух пиков по отдельности может вызвать количественные ошибки, поэтому при расчете результата два пика основной группы диглицеридов, содержащих 36 атомов углерода, целесообразно суммировать. Такая же процедура может быть применена для пиков диглицерида, содержащих 34 атома углерода и для пиков диглицеридов, содержащих 38 атомов углерода.

При наличии двойных пиков в области времени удерживания глицерина необходимо проверить протекание реакции силилирования, которая может быть не завершена (из-за присутствия воды в образцах).

6.2 Калибровочная функция глицерина

Калибровочную функцию рассчитывают по следующей формуле, полученной из экспериментальных данных при использовании метода линейной регрессии (приложение А)

$$M_g / M_{ei1} = a_g (A_g / A_{ei1}) + b_g, \quad (1)$$

где M_g — масса глицерина, мг;
M_{ei1} — масса внутреннего стандарта № 1, мг;
a_g и b_g — константы регрессионной зависимости для глицерина;
A_g — площадь пика глицерина;
A_{ei1} — площадь пика внутреннего стандарта № 1.

Калибровочная функция считается приемлемой только в том случае, если коэффициент корреляции, рассчитанный в соответствии с приложением А, равен или больше 0,95.

6.3 Калибровочные функции глицеридов

Калибровочные функции рассчитывают на основе следующих формул, полученных из экспериментальных данных при использовании метода линейной регрессии (см. приложение А для обработки данных):

$$M_m / M_{ei2} = a_m (A_m / A_{ei2}) + b_m; \quad (2)$$

$$M_d / M_{ei2} = a_d (A_d / A_{ei2}) + b_d; \quad (3)$$

$$M_t / M_{ei2} = a_t (A_t / A_{ei2}) + b_t, \quad (4)$$

где M_m, M_d, M_t — массы соответственно моноолеина, диолеина, триолеина, мг;
M_{ei2} — масса внутреннего стандарта № 2, мг;
a_m и b_m — константы регрессионной зависимости для моноглицерина;
a_d и b_d — константы регрессионной зависимости для диглицерина;
a_t и b_t — константы регрессионной зависимости для триглицерина;
A_m, A_d, A_t — площади пика соответственно моноолеина, диолеина, триолеина;
A_{ei2} — площадь пика внутреннего стандарта № 2.

Калибровочные функции могут быть рассмотрены как допустимые, если коэффициент корреляции, рассчитанный в соответствии с приложением А, равен или больше 0,95.

6.4 Расчет массовой доли свободного глицерина

Рассчитывают массовую долю, % масс., свободного глицерина в образце по формуле

$$G = [a_g (A_g / A_{ei1}) + b_g] (M_{ei1} / m) 100, \quad (5)$$

где G — массовая доля свободного глицерина в образце, % масс.;
a_g и b_g — константы, полученные методом регрессии для глицерина;
A_g — площадь пика глицерина, см^2;
A_{ei1} — площадь пика внутреннего стандарта № 1,см^2;
M_{ei1} — масса внутреннего стандарта № 1, мг;
m — масса образца, мг.

6.5 Расчет массовой доли глицеридов

Рассчитывают массовую долю, % масс., моно-, ди- и триглицеридов по формулам:

$$M = [a_m (\Sigma A_{mi}/A_{ei2}) + b_m] (M_{ei2}/m)\ 100; \quad (6)$$

$$D = [a_d (\Sigma A_{di}/A_{ei2}) + b_d] (M_{ei2}/m)\ 100; \quad (7)$$

$$T = [a_t (\Sigma A_{ti}/A_{ei2}) + b_t] (M_{ei2}/m)\ 100, \quad (8)$$

где M, D, T — массовые доли соответственно моно-, ди-, три-глицеридов в образце, % масс.;
a_m и b_m — константы регрессионной зависимости для моноглицерина;
a_d и b_d — константы регрессионной зависимости для диглицерина;
a_t и b_t — константы регрессионной зависимости для триглицерина;
ΣA_{mi}, ΣA_{di}, ΣA_{ti} — суммы площадей пиков соответственно моно-, ди-, триглицеридов, см^2;
A_{ei2} — площадь пика внутреннего стандарта № 2, см^2;
M_{ei2} — масса внутреннего стандарта № 2, мг;
m — масса образца, мг.

6.6 Расчет массовой доли общего глицерина

Рассчитывают массовую долю общего глицерина в образце, % масс., по формуле

$$G_T = G + 0{,}255M + 0{,}146D + 0{,}103T, \quad (9)$$

где G_T — массовая доля общего глицерина (свободного и связанного) в образце, % масс.;
G — массовая доля свободного глицерина в образце, % масс.;
M — массовая доля моноглицеридов в образце, % масс.;
D — массовая доля диглицеридов в образце, % масс.;
T — массовая доля триглицеридов в образце, % масс.

6.7 Запись результатов

Все полученные значения массовых долей выражают в процентах с точностью до 0,01 %.

7 Прецизионность

7.1 Межлабораторные испытания

Во время межлабораторных испытаний, проведенных в 1988 г. с участием 11 лабораторий европейских стран, в каждой из которых проведено по два испытания каждого образца, были получены статистические результаты, приведенные в приложении D.

7.2 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 промежуток времени, не должно превышать значений, представленных в таблице 4, более чем в одном случае из двадцати.

Таблица 4 — Значения повторяемости

Соединение	Повторяемость (сходимость) r, % масс.
Свободный глицерин	$0{,}0538X + 0{,}0014$
Моноглицериды	$0{,}119X + 0{,}004$
Диглицериды	$0{,}060X + 0{,}004$
Триглицериды	$0{,}1565X + 0{,}004$
Общий глицерин	$0{,}0687X + 0{,}004$
Примечание — X — среднее значение двух результатов испытаний.	

7.3 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, не должно превышать значений, представленных в таблице 5, более чем в одном случае из двадцати.

Таблица 5 — Значения воспроизводимости

Соединение	Воспроизводимость R, % масс.
Свободный глицерин	$0,5983X + 0,003$
Моноглицериды	$0,124X + 0,133$
Диглицериды	$0,192X + 0,025$
Триглицериды	$0,2099X + 0,0641$
Общий глицерин	$0,4472X — 0,01$
Примечание — X — среднее значение двух результатов испытаний.	

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний 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 считаемые незначительными, вместе с подробностями любых случайностей, которые могут повлиять на результаты испытания;
- полученные результаты испытания или, если проверена повторяемость, то конечный полученный результат.

Приложение А
(справочное)

Расчет калибровочной функции. Метод линейной регрессии

Примечание — Данный пример расчета приведен для глицерина, калибровочные коэффициенты для растворов глицеридов могут быть рассчитаны этим же способом, после введения данных калибровочных растворов в соответствии с таблицей А.1.

Таблица А.1

Масса глицерина M_g	Масса внутреннего стандарта № 1 M_{is1}	M_g/M_{is1}	Площадь пика глицерина A_g	Площадь пика внутреннего стандарта № 1 A_{is1}	A_g/A_{is1}

В функции регрессии X выражается соотношением A_g/A_{is1}, в то время как Y это M_g/M_{is1}.
Заполняют таблицу А.2, рассчитывая, как указано, X и Y.

Таблица А.2

X	Y	X^2	Y^2	XY

Затем рассчитывают сумму для каждого ряда.

$\Sigma X =$	$\Sigma Y =$	$\Sigma X^2 =$	$\Sigma Y^2 =$	$\Sigma XY =$

Также указывают:

$(\Sigma X)^2 =$ $(\Sigma Y)^2 =$ и число измерений $N =$

Из полученных данных можно рассчитать константы

$$a_g = \frac{(N\Sigma XY)-(\Sigma X\Sigma Y)}{(N\Sigma X^2)-(\Sigma X)^2}; \quad (A.1)$$

$$b_g = \frac{\Sigma Y-(a_g\Sigma X)}{N}. \quad (A.2)$$

Коэффициент корреляции K может быть рассчитан по следующей формуле

$$K = \frac{(N\Sigma XY)-(\Sigma X\Sigma Y)}{\sqrt{(N\Sigma X^2-(\Sigma X)^2)(N\Sigma Y^2-(\Sigma Y)^2)}}. \quad (A.3)$$

Приложение В
(справочное)

Рабочий пример

Таблица В.1 — Экспериментальные данные

M_g	M_{is1}	M_g/M_{is1}	A_g	A_{is1}	A_g/A_{is1}
0,007	0,09	0,078	1,263	12,642	0,100
0,007	0,09	0,078	1,264	12,792	0,099
0,028	0,09	0,311	3,113	9,133	0,341
0,028	0,09	0,311	3,065	8,961	0,342
0,049	0,09	0,544	3,788	6,507	0,582
0,049	0,09	0,544	4,150	6,581	0,631
0,070	0,09	0,778	4,725	5,593	0,844
0,070	0,09	0,778	4,531	5,152	0,879

Таблица В.2

X	Y	X^2	Y^2	XY
0,100	0,078	0,010	0,006	0,008
0,099	0,078	0,010	0,006	0,008
0,341	0,311	0,116	0,096	0,106
0,342	0,311	0,117	0,096	0,106
0,582	0,544	0,339	0,296	0,317
0,631	0,544	0,398	0,296	0,343
0,844	0,778	0,712	0,605	0,657
0,879	0,778	0,773	0,605	0,684

$\Sigma X = 3{,}818$	$\Sigma Y = 3{,}422$	$\Sigma X^2 = 2{,}475$	$\Sigma Y^2 = 2{,}006$	$\Sigma XY = 2{,}229$

$(\Sigma X)^2 = 14{,}577$ $(\Sigma Y)^2 = 11{,}710$ и $N = 8$

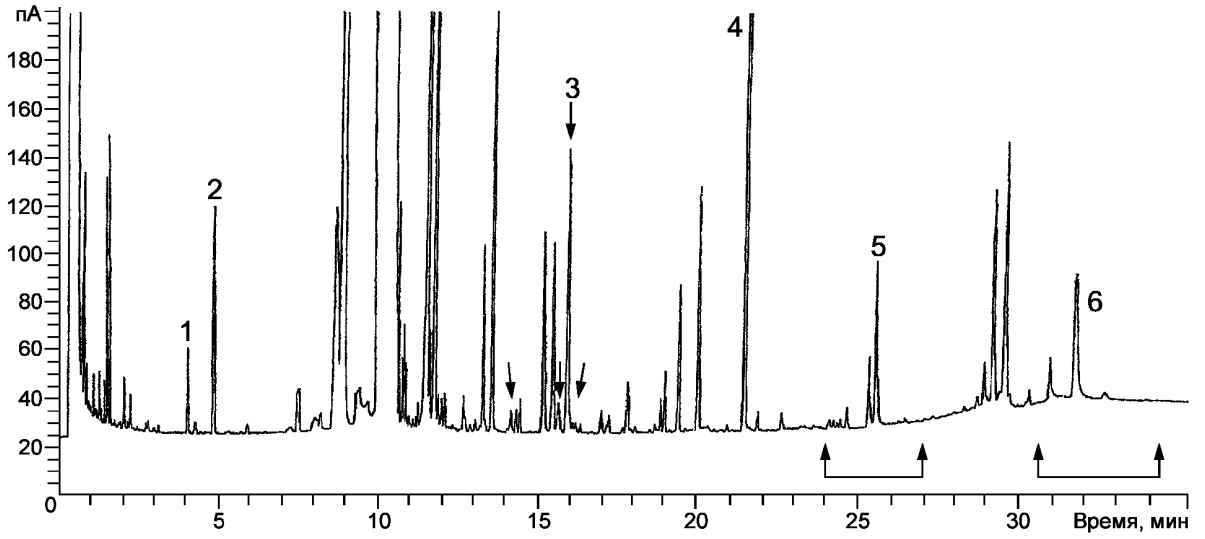
$$a_g = \frac{(8 \cdot 2{,}229) - (3{,}818 \cdot 3{,}422)}{(8 \cdot 2{,}475) - 14{,}577} = 0{,}9127; \quad \text{(В.1)}$$

$$b_g = \frac{3{,}422 - (0{,}9127 \cdot 3{,}818)}{8} = -0{,}008; \quad \text{(В.2)}$$

$$K = \frac{(8 \cdot 2{,}229) - (3{,}818 \cdot 3{,}422)}{\sqrt{(8 \cdot 2{,}475 - 14{,}577) \cdot (8 \cdot 2{,}006 - 11{,}710)}} = 1{,}001. \quad \text{(В.3)}$$

Приложение С
(справочное)

Хроматограмма образца сложного метилового эфира жирных кислот рапсового масла. Определение моно-, ди-, триглицеридов и свободного глицерина



1 — глицерин; *2* — бутантриол (внутренний стандарт № 1); *3* — моноацилглицериды; *4* — трикаприн (внутренний стандарт № 2); *5* — диацилглицериды; *6* — триацилглицериды

Рисунок С.1 — Полная хроматограмма образца сложного метилового эфира жирных кислот рапсового масла

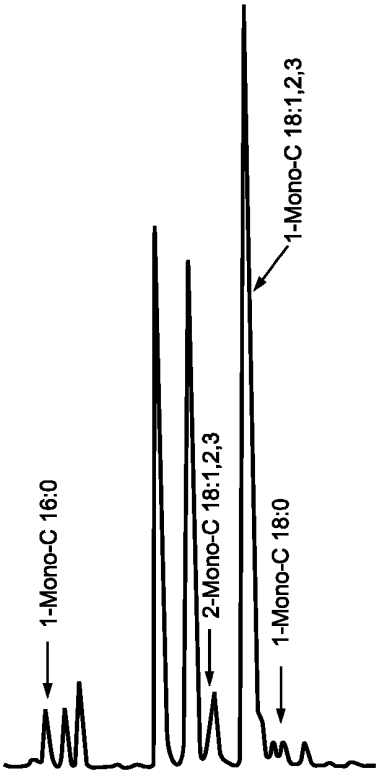


Рисунок С.2 — Фрагмент хроматограммы с пиками моноацилглицеридов

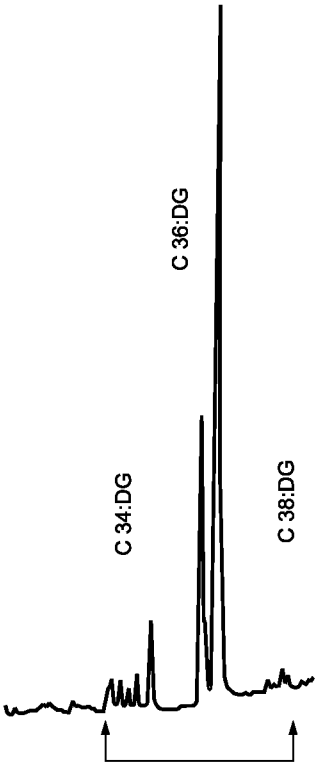


Рисунок С.3 — Фрагмент хроматограммы с пиками диацилглицеридов (DG)

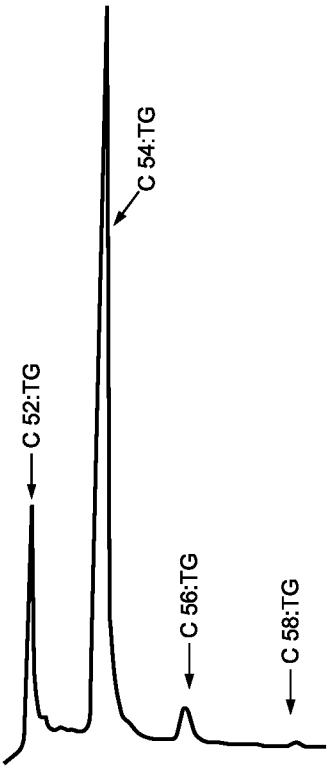


Рисунок С.4 — Фрагмент хроматограммы с пиками триглицеридов (TG)

Приложение D
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания с участием 11 лабораторий из 5 европейских стран проводились на 5 образцах:
Образец 1: FAME, полученный из рапсового масла;
Образец 2: FAME, полученный из подсолнечного масла;
Образец 3: FAME, полученный из рапсового масла;
Образец 4: FAME, полученный из рапсового масла;
Образец 5: FAME, полученный из смеси рапсового масла и подсолнечного масла (25 % — рапсовое масло, 75 % — подсолнечное масло).

Испытания были организованы в октябре 1998 г., полученные результаты были подвергнуты статистической обработке в соответствии со стандартом [2] для получения данных о прецизионности метода, приведенных в таблицах D.1 — D.5.

Таблица D.1 — Моноглицериды

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвовавших лабораторий	11	11	11	11	11
Количество участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	11	11	10	10	11
Среднее значение, % масс.	0,574	0,149	0,746	0,327	0,350
Стандартное отклонение повторяемости, % масс.	0,066	0,007	0,010	0,007	0,008
Стандартное отклонение воспроизводимости, % масс.	0,079	0,055	0,067	0,046	0,060
Предел повторяемости r, % масс.	0,175	0,020	0,033	0,021	0,026
Предел воспроизводимости R, % масс.	0,246	0,171	0,210	0,146	0,156

Таблица D.2 — Диглицериды

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвовавших лабораторий	11	11	11	11	11
Количество участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	10	9	11	10	11
Среднее значение, % масс.	0,185	0,018	0,364	0,049	0,237
Стандартное отклонение повторяемости, % масс.	0,008	0,001	0,008	0,002	0,003
Стандартное отклонение воспроизводимости, % масс.	0,018	0,011	0,034	0,011	0,018
Предел повторяемости r, % масс.	0,025	0,002	0,026	0,007	0,009
Предел воспроизводимости R, % масс.	0,057	0,034	0,105	0,035	0,055

Т а б л и ц а D.3 — Триглицериды

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвовавших лабораторий	11	11	11	11	11
Количество участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	10	11	8	9	10
Среднее значение, % масс.	0,160	0,013	0,280	0,029	0,135
Стандартное отклонение повторяемости, % масс.	0,013	0,003	0,014	0,001	0,006
Стандартное отклонение воспроизводимости, % масс.	0,025	0,020	0,047	0,036	0,013
Предел повторяемости *r*, % масс.	0,042	0,008	0,044	0,004	0,017
Предел воспроизводимости *R*, % масс.	0,080	0,061	0,153	0,115	0,041

Т а б л и ц а D.4 — Свободный глицерин

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвовавших лабораторий	11	11	11	11	11
Количество участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	11	11	11	9	11
Среднее значение, % масс.	0,021	0,022	0,040	0,001	0,038
Стандартное отклонение повторяемости, % масс.	0,001	0,001	0,001	0,000	0,001
Стандартное отклонение воспроизводимости, % масс.	0,004	0,006	0,008	0,001	0,009
Предел повторяемости *r*, % масс.	0,002	0,004	0,002	0,001	0,004
Предел воспроизводимости *R*, % масс.	0,012	0,017	0,026	0,004	0,027

Т а б л и ц а D.5 — Общий глицерин

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвовавших лабораторий	11	11	11	11	11
Количество участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	11	11	11	10	11
Среднее значение, % масс.	0,221	0,064	0,312	0,096	0,177
Стандартное отклонение повторяемости, % масс.	0,010	0,002	0,007	0,003	0,004
Стандартное отклонение воспроизводимости, % масс.	0,028	0,013	0,046	0,008	0,014
Предел повторяемости *r*, % масс.	0,031	0,008	0,020	0,010	0,011
Предел воспроизводимости *R*, % масс.	0,089	0,039	0,143	0,026	0,043

Приложение Е
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам

Таблица Е.1

Обозначение ссылочного регионального стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН ИСО 5555	*
ЕН ИСО 4259	ГОСТ Р 8.580—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Определение и применение показателей точности методов испытаний нефтепродуктов
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного регионального стандарта. Перевод данного регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

Библиография

[1] ЕН ИСО 5555 Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб (ИСО 5555:2001)
[2] ЕН ИСО 4259 Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в зависимости от методов испытания (ИСО 4259:1992/ Изм. 1:1993)

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 67.200.10 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: производные жиров и масел, метиловые эфиры жирных кислот, FAME, свободный глицерин, глицериды

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

Сдано в набор 30.04.2009. Подписано в печать 17.07.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 218 экз. Зак. 421.

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