ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14103— 2008

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭФИРОВ И МЕТИЛОВОГО ЭФИРА ЛИНОЛЕНОВОЙ КИСЛОТЫ

EN 14103:2003
Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents (IDT)

Издание официальное

БЗ 9—2008/304

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. № 679-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 14103:2003 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение содержания эфиров и метилового эфира линоленовой кислоты» (EN 14103:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents»).

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

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 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Стеклянная посуда 1
5 Реактивы 2
6 Аппаратура 2
7 Отбор проб 2
8 Подготовка испытуемого образца 2
9 Проведение испытания 2
10 Обработка результатов 2
11 Значения показателей прецизионности 3
12 Протокол испытаний 3
Приложение А (рекомендуемое) Общие условия анализа метиловых эфиров методом газовой хроматографии 4
Приложение В (рекомендуемое) Результаты межлабораторных испытаний 6
Приложение С (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам 7
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭФИРОВ И МЕТИЛОВОГО ЭФИРА ЛИНОЛЕНОВОЙ КИСЛОТЫ

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME).
Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания основного вещества — сложных эфиров в сложных метиловых эфирах жирных кислот (FAME), предназначенных для использования как биотопливо или как компонент смешения дизельного или печного бытового топлива. Метод позволяет также определить содержание метилового эфира линоленовой кислоты.

Метод позволяет определить массовую долю сложных эфиров в FAME свыше 90 % масс. и массовую долю метилового эфира линоленовой кислоты в диапазоне от 1 % масс. до 15 % масс.

Метод распространяется на метиловые эфиры жирных кислот, содержащие метиловые эфиры с числом атомов углерода от C_{14} до C_{24}.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий региональный стандарт:

ЕН ИСО 5508* Животные и растительные жиры и масла. Анализ метиловых эфиров жирных кислот газовой хроматографией

3 Сущность метода

Определение содержания сложных метиловых эфиров жирных кислот, присутствующих в образце, проводят газовой хроматографией с внутренней калибровкой по метилгептодеканоату в соответствии с ЕН ИСО 5508.

Определение процентного содержания метилового эфира линоленовой кислоты методом газовой хроматографии — в соответствии с ЕН ИСО 5508.

4 Стеклянная посуда

4.1 Ампулы (виалы) с завинчивающимися пробками с прокладкой, покрытой политетрафторэтиленом (PTFE), вместимостью 10 $см^3$.

4.2 Колба мерная вместимостью 50 $см^3$.

4.3 Пипетка вместимостью 5 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

* При отсутствии года издания применяют самое последнее издание документа.

Издание официальное

5 Реактивы

Используют реактивы только высоких классов чистоты, за исключением специально оговоренных.

5.1 Гептан.

5.2 Метилгептадеканоат с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

5.3 Метилгептадеканоат, раствор с массовой концентрацией 10 мг/см^3.

Взвешивают примерно 500 мг метилгептодеканоата (5.2), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (4.2) и доводят до метки гептаном (5.1).

6 Аппаратура

Перечень аппаратуры приведен в ЕН ИСО 5508.

7 Отбор проб

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

8 Подготовка испытуемого образца

Взвешивают примерно 250 мг образца и помещают в ампулу вместимостью 10 см^3 (4.1), затем добавляют 5 см^3 раствора метилгептадеканоата (5.3), используя пипетку (4.3).

9 Проведение испытания

Условия проведения испытания, которые могут быть использованы в данном методе, описаны в ЕН ИСО 5508 и приложении А.

Условия проведения хроматографии (введенное количество образца, температура термостата, давление газа-носителя и скорость деления потока) должны быть подобраны так, чтобы можно было наиболее точно разделить пики метиловых эфиров лигноцериновой C_{24} и ацетэруковой $C_{24:1}$ кислот.

Суммирование площадей пиков должно быть проведено по всей хроматограмме от пика метилового эфира C_{14} (метилмеристат) до пика $C_{24:1}$, учитывая все, даже самые незначительные, пики (рисунки А.1, А.2, приложение А).

Примечание — Обнаружение нескольких неизвестных пиков (все, кроме насыщенного и мононенасыщенного FAME) между линоленовой кислотой ($C_{18:3}$) и ацетэруковой кислотой ($C_{24:1}$) свидетельствует о наличии в образце рыбьего жира.

10 Обработка результатов

10.1 Определение массовой доли сложного эфира

Массовую долю сложного эфира C, % масс., вычисляют по формуле

$$C = \frac{(\Sigma A) - A_{EI}}{A_{EI}} \cdot \frac{C_{EI} V_{EI}}{m} 100, \qquad (1)$$

где ΣA — сумма площадей пиков от пика метилового эфира C_{14} до пика $C_{24:1}$;

A_{EI} — площадь, соответствующая пику метилгептадеканоата;

C_{EI} — массовая концентрация раствора метилгептадеканоата (5.3), мг/см^3;

V_{EI} — использованный объем раствора метилгептадеканоата (5.3), см^3;

m — масса образца, мг.

Примечания

1 При испытании растительного масла для представления процентного содержания по массе рассматривают результат вычисления, основанный на отношении площадей.

2 Если среднее значение двух определений более 100,8 %, то результаты не учитывают и проверяют условия проведения испытания, например содержание основного вещества внутреннего стандарта, используя этот метод для определения содержания сложного эфира в товарной или приготовленной смеси.

Результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

10.2 Массовую долю метилового эфира линоленовой кислоты L, % масс., вычисляют по формуле

$$L = \frac{A_L}{(\Sigma A) - A_{EI}} 100, \quad (2)$$

где A_L — площадь, соответствующая пику метилового эфира линоленовой кислоты;

ΣA — сумма площадей пиков от площади пика метилового эфира C_{14} до площади пика метилового эфира $C_{24:1}$;

A_{EI} — площадь, соответствующая пику метилгептадеканоата.

Результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

11 Значения показателей прецизионности

Статистические результаты, приведенные в приложении В, получены в 2000 г. во время межлабораторных испытаний с участием 11 лабораторий европейских стран, в каждой из которых было проведено по 2 определения каждого образца.

11.1 Повторяемость

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 на одном и том же оборудовании в короткий временной промежуток, может превышать значения, указанные в таблицах В.1, В.2 (приложение В), только в одном случае из двадцати:

- для сложных эфиров — 1,6 % масс.;
- для метилового эфира линоленовой кислоты — 0,1 % масс.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытания, полученными при использовании одного и того же метода испытания на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании, может превышать значения, указанные в таблицах В.1, В.2 (приложение В), только в одном случае из двадцати:

- для сложных эфиров — 3,1 % масс.;
- для метилового эфира линоленовой кислоты (L) — $0{,}311 \cdot L + 0{,}02$ % масс.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб;
- используемый метод испытания со ссылками на настоящий стандарт;
- все детали операции, не описанные в настоящем стандарте или незначительные, а также любые случайности, которые могут повлиять на результаты испытания;
- полученные результаты испытания или если вычислена повторяемость, то конечный полученный результат.

Приложение А
(рекомендуемое)

Общие условия анализа метиловых эфиров методом газовой хроматографии

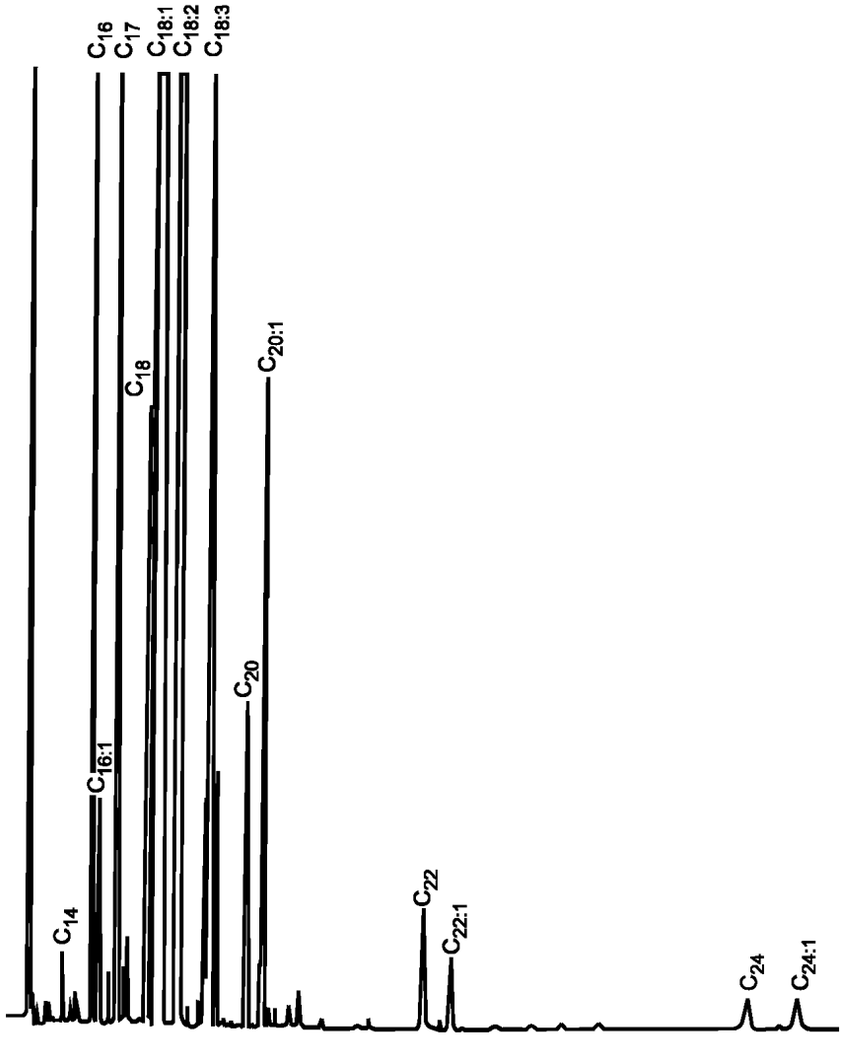
А.1 Капиллярная колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, покрытая внутри стационарной полиэтиленгликолевой фазой с толщиной пленки 0,25 мкм (Карбовакс 20М, ДБВакс, СПВакс и т. д.)

А.2 Инжектор переменного деления потока, поддерживающий скорость деления потока в диапазоне от 20 до 100 $см^3$/мин и температуру 250 °С.

А.3 Газ-носитель: водород или гелий давлением 30—100 кПа и скоростью потока от 1 до 2 $см^3$/мин (в зависимости от характеристик используемых колонок).

А.4 Пламенно-ионизационный детектор, поддерживающий температуру 250 °С.

А.5 Термостат, поддерживающий температуру 200 °С.

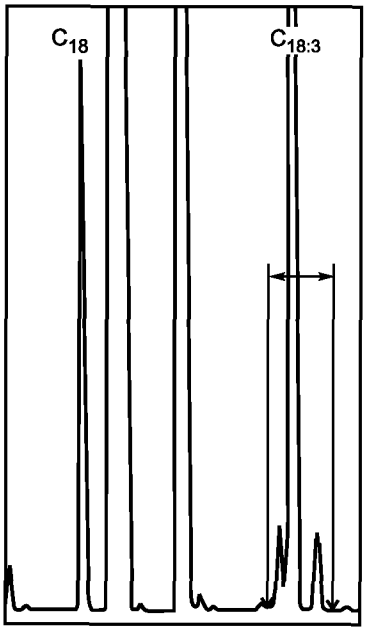


Сложные эфиры следующих кислот:

C_{14} — метилмеристат; C_{16} — пальмитиновая кислота; $C_{16:1}$ — пальмитолеиновая кислота; C_{17} — гептадекановая (маргариновая) кислота (внутренний стандарт); C_{18} — стеариновая кислота; $C_{18:1}$ — олеиновая кислота; $C_{18:2}$ — линолевая кислота; $C_{18:3}$ — линоленовая кислота; C_{20} — арахиновая кислота; $C_{20:1}$ — гадолеиновая кислота; C_{22} — бегеновая кислота; $C_{22:1}$ — эруковая кислота; C_{24} — лигноцериновая кислота; $C_{24:1}$ — ацетэруковая кислота

Примечание — Аналитические условия: капиллярная колонка ДБВакс (30 м—25 мм — 0,25 мкм), температура термостата — 210 °С, температура инжектора с делением потока — 250 °С, температура пламенно-ионизационного детектора — 250 °С, давление водорода — 80 кПа, скорость деления потока — 50 $см^3$/мин, время анализа — 25 мин.

Рисунок А.1 — Хроматограмма смеси сложных метиловых эфиров рапсового масла



Сложные эфиры следующих кислот: C_{18} — стеариновая кислота; $C_{18:3}$ — линоленовая кислота

Рисунок А.2 — Область хроматограммы, показывающая линоленовую кислоту

Приложение В
(рекомендуемое)

Результаты межлабораторных испытаний

Испытания в 11 лабораториях 5 европейских стран проводились на 5 образцах:
образец 1: FAME, полученные из рапсового и подсолнечного масел;
образец 2: FAME, полученные из подсолнечного масла;
образец 3: FAME, полученные из рапсового масла с добавлением рапсового масла;
образец 4: FAME, полученные из рапсового масла;
образец 5: FAME, полученные из рапсового масла, с добавлением рапсового масла.

Испытания были проведены в 2000 г., полученные результаты были подвергнуты статистическому анализу в соответствии со стандартом [2], полученные показатели прецизионности приведены в таблицах В.1 и В.2.

Таблица В.1 — Показатели прецизионности при определении содержания сложных эфиров

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвующих лабораторий	11	11	11	11	11
Число участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	9	6	9	9	9
Среднее значение двух определений, % масс.	98,14	99,68	90,97	97,73	92,61
Повторяемость стандартного отклонения, % масс.	0,35	0,36	0,36	0,69	0,56
Воспроизводимость стандартного отклонения, % масс.	0,99	0,32	0,98	0,90	1,00
Предел повторяемости *r*, % масс.	1,11	1,24	1,16	2,21	1,78
Предел воспроизводимости *R*, % масс.	3,15	1,11	3,14	2,88	3,22

Таблица В.2 — Показатели прецизионности при определении сложного метилового эфира линоленовой кислоты

Образец	1	2	3	4	5
Количество участвующих лабораторий	11	11	11	11	11
Номера участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	11	11	10	11	9
Среднее значение двух определений, % масс.	3,85	0,12	9,07	9,28	9,00
Повторяемость стандартного отклонения, % масс.	0,04	0,01	0,03	0,08	0,03
Воспроизводимость стандартного отклонения, % масс.	0,32	0,06	1,13	0,86	0,75
Предел повторяемости *r*, % масс.	0,13	0,03	0,09	0,26	0,09
Предел воспроизводимости *R*, % масс.	1,00	0,18	3,57	2,68	2,41

Приложение С
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам

Таблица С.1

Обозначение ссылочного регионального стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН ИСО 4259	ГОСТ Р 8.580—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Определение и применение показателей точности методов испытаний нефтепродуктов
ЕН ИСО 5508	*
ЕН ИСО 5555	*
* 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 661.73:006.354 ОКС 67.200.10 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: производные жиров и масел, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), содержание эфиров и метилового эфира линоленовой кислоты, газовая хроматография

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 10.04.2009. Подписано в печать 28.05.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 188 экз. Зак. 328.

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