МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения эруковой кислоты

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ТК 288 «Масла растительные и продукты их переработки»

ВНЕСЕН Госстандартом России (МТК 238)

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15.04.94 (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие стандарта проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации 22 февраля 1996 г. № 92 ГОСТ 30089—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения эруковой кислоты

Vegetable oils. Method for determination of erucic acid

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает метод определения массовой доли эруковой кислоты в растительных маслах.

Метод основан на превращении триглицеридов жирных кислот в метиловые эфиры жирных кислот и газохроматографическом анализе метиловых эфиров.

Метод применим в диапазоне 1—70 %.

1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 5471.

2 Аппаратура, материалы, реактивы

Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором, термостатом на температуры не ниже 200 °С, с испарителем на температуры не ниже 300 °С.

Колонка газохроматографическая из нержавеющей стали или стеклянная длиной 1,5—2 м, внутренним диаметром 2—4 мм.

Микроскоп отсеченный типа МПБ-2 или лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Линейка с ценой деления 1 мм по ГОСТ 17435.

Устройство интегрирующее.

Микрошприц МШ-10 вместимостью 10 мм^3 или «Газохром 101» вместимостью 1 мм^3.

Весы лабораторные 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ 24104.

Пипетка 1(2, 3)—1(2)—1(2)—1; 1(2,3)—1(2)—1(2) по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228.

Пробирка П 4—10—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250 или 3—250 по ГОСТ 1770.

Воронка лабораторная В-25—38 ХС или В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Колба К-1—1000—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Перегонный аппарат:

Колба К-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Насадка Н 1—29/32—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1—100—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Алонж АИО-29/32—14/23—60 или АКП-29/32—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостный стеклянный с интервалом температур 0—100 °С и ценой деления 0,5 °С по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Наполнители для колонок: хроматон N-AW, обработанный 10 % реоплекса 400 или карбовакса 20М, или наполнитель аналогичного качества.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022 или водород электролизный от генератора водорода типа СГС-2.

Воздух класса 0 по ГОСТ 17433.

Газы-носители: азот газообразный ос. 4 по ГОСТ 9293 или гелий сжатый.

Натрий металлический по ГОСТ 3273 или метилат натрия.

Окись кальция, ч. д. а. по ГОСТ 8677.

Гексан, ч. д. а., для хроматографии.

Метанол — яд, х. ч. по ГОСТ 6995 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 с последующим получением абсолютно сухого метилового или этилового спирта и метиловых или этиловых эфиров жирных кислот.

Допускается применение другой аппаратуры или реактивов, по качеству и характеристикам не уступающим перечисленным выше.

3 Подготовка к измерению

3.1 Приготовление абсолютного метанола

В колбу вместимостью 500 см^3 взвешивают (30±1) г окиси кальция, добавляют 250 см^3 метанола и кипятят с холодильником типа ХШ (обратным) в течение 6—8 ч. Затем метанол перегоняют в перегонном аппарате при температуре 64,7 °С.

3.2 Приготовление раствора метилата натрия в метаноле концентрации 2 моль/дм^3

Взвешивают 2,7 г метилата натрия или 1,15 г металлического натрия с записью результата в граммах до второго десятичного знака в стаканчик для взвешивания.

В мерную колбу наливают 10—12 см^3 абсолютного метанола, в него высыпают навеску метилата натрия или бросают маленькими кусочками натрий. После перемешивания (растворения) раствор охлаждают до комнатной температуры и доливают абсолютным метанолом до метки. Хранят раствор в холодильнике.

3.3 Приготовление метиловых эфиров кислот

Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают. В стеклянную пробирку берут пипеткой 2—3 капли масла, растворяют их в 1,9 см^3 гексана. В раствор вводят 0,1 см^3 раствора метилата натрия в метаноле концентрации 2 моль/дм^3. После интенсивного перемешивания в течение 2 мин реакционную смесь отстаивают 5 мин и фильтруют через бумажный фильтр. Раствор готов для анализа. Готовый раствор хранят не более 2 сут в холодильнике.

3.4 Подготовка хроматографа к измерению

Подключение хроматографа к сети, подготовка и установка колонок и вывод прибора на режим выполняются согласно инструкции по монтажу и наладке хроматографа.

4 Проведение измерения

На хроматографе устанавливают следующие условия анализа:

температура термостата колонок — 180—190 °С;

температура испарителя — 250—280 °С;

температура печи детекторов — 200 °С;

скорость потока газа-носителя (азот, гелий) — 30—40 см^3/мин;

объем пробы — около 1 мм^3 раствора метиловых эфиров кислот в гексане.

Время выхода метиллинолената около 15 мин, метилэруката — около 30 мин.

При анализе низкоэрукового рапсового масла после выхода пика метиллинолената увеличивают чувствительность в 10 раз.

Относительные объемы удерживания метиловых эфиров жирных кислот (V_r отн.), определяющие порядок выхода их из хроматографической колонки, а также обозначения жирных кислот, входящих в состав образующихся метиловых эфиров, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Условное обозначение кислоты	Наименование кислоты по женевской и тривиальной номенклатуре	Относительные объемы удерживания метиловых эфиров жирных кислот (V_r отн.)
C_{14}	Тетрадекановая (миристиновая)	0,3
C_{16}	Гексадекановая (пальмитиновая)	0,5
$C_{16:1}$	Гексадеценовая (пальмитолеиновая)	0,8
C_{18}	Октадекановая (стеариновая)	1,0
$C_{18:1}$	Октадеценовая (олеиновая)	1,1
$C_{18:2}$	Октадекадиеновая (линолевая)	1,3—1,4
$C_{18:3}$	Октадекатриеновая (линоленовая)	1,7—1,8
C_{20}	Эйкозановая (арахиновая)	1,9
$C_{20:1}$	Эйкозеновая (гондоиновая)	2,1
$C_{20:2}$	Эйкозадиеновая	2,5—2,6
C_{22}	Докозановая (бегеновая)	3,6
$C_{22:1}$	Докозеновая (эруковая)	3,9
$C_{22:2}$	Докозадиеновая	4,6
$C_{24:1}$	Тетракозеновая (нервоновая)	7,2

5 Обработка результатов

5.1 Расчет состава метиловых эфиров жирных кислот масла проводят методом внутренней нормализации. Площади пиков компонентов (S_i) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot a_i,$$

где h_i — высота пика, мм;

a_i — ширина, измеренная на половине высоты, мм.

Высоту пика измеряют с записью результата до целых чисел; ширину пика — с записью результатов до первого десятичного знака.

Сумму площадей всех пиков на хроматограмме (ΣS_i) принимают за 100 %.

Массовую долю эруковой кислоты в процентах ($X_э$) вычисляют по формуле

$$X_э = \frac{S_i \cdot 100}{\sum\limits_i S_i},$$

где S_i — площадь пика метилового эфира эруковой кислоты, мм^2;

ΣS_i — сумма площадей всех пиков на хроматограмме, мм^2.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных (параллельных) определений.

Для расчета хроматограммы можно использовать интегрирующее устройство.

5.2 Метрологические характеристики методики при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значение измеряемой величины, %	Модуль границ относительной погрешности измерения, %	Допускаемое относительное расхождение между результатами последовательных (параллельных) определений, %
Св.1 до 5 включ.	11	15
» 5 » 20 »	8	11
» 20 » 70 »	5	7

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 17435—72	2
ГОСТ 3022—80	2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 3273—75	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 5471—83	1	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 6995—77	2	ГОСТ 25706—83	2
ГОСТ 8677—76	2	ГОСТ 28498—90	2
ГОСТ 9293—74	2	ГОСТ 29227—91	2
ГОСТ 12026—76	2	ГОСТ 29228—91	2
ГОСТ 17433—80	2		

МКС 67.200.10 Н69 ОКСТУ 9141

Ключевые слова: масла растительные, эруковая кислота, аппаратура, материалы, реактивы, измерение, обработка результатов

gost.e-ecolog.ru