МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения жирнокислотного состава

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 238 и Всероссийским научно-исследовательским институтом жиров

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 4 октября 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 12 мая 1997 г. № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 30418—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г. с правом досрочного введения

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 жирнокислотного состава

Vegetable oils.
Method for determination of fatty acid content

Дата введения 1998—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает метод определения массовых долей жирных кислот к их общему содержанию в триглицеридах масел.

Метод основан на превращении триглицеридов жирных кислот в метиловые (этиловые) эфиры жирных кислот и газохроматографическом анализе последних.

Метод применим в диапазоне массовых долей жирных кислот 0,1—100 %.

Стандарт пригоден для целей сертификации и для идентификации по данным справочных приложений к стандартам и методу определения фальсификации продукции.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3273—75 Натрий металлический технический. Технические условия

ГОСТ 5471—83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 8677—76 Кальций оксид. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 17435—72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

Издание официальное

3 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 5471.

4 Аппаратура, материалы, реактивы

Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором и программированием температуры, 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 отсчетный 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.

Секундомер [1] или [2].

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

Шпатель.

Пипетка 1(2,3)-1(2)-1(2)-1; 1(2,3)-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 ТС по ГОСТ 25336.

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

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 и нормативному документу с интервалом температур 0—100 °С и ценой деления 0,5 °С.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

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

Воздух класса 0 по ГОСТ 17433.

Газы-носители: азот газообразный по ГОСТ 9293 ос. ч., гелий сжатый, аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Натрий металлический по ГОСТ 3273 или метилат натрия.

Окись кальция по ГОСТ 8677, ч.д.а.

Гексан для хроматографии [3].

Метанол-яд по ГОСТ 6995, х.ч., 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 уступающих перечисленным выше.

5 Подготовка к измерению

5.1 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.

5.2 Приготовление абсолютного этилового спирта

В колбу вместимостью 500 см^3 взвешивают (30±1) г окиси кальция, добавляют 250 см^3 этилового спирта и кипятят с холодильником типа ХШ (обратным) в течение 6—8 ч. Затем этиловый спирт перегоняют в перегонном аппарате при температуре 78,3 °С.

5.3 Приготовление раствора метилата натрия в метаноле (этилата натрия в этаноле) концентрации 2 моль/дм^3

Взвешивают 2,7 г метилата натрия (3,4 г этилата натрия) или 1,15 г металлического натрия в стаканчик для взвешивания. Результат записывают в граммах до второго десятичного знака.

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 наливают 10—12 см^3 абсолютного метанола (абсолютного этанола), в него высыпают навеску метилата натрия или бросают маленькими кусочками натрий. После перемешивания (растворения) раствор охлаждают до комнатной температуры и доливают абсолютным метанолом (абсолютным этанолом) до метки. Хранят раствор в холодильнике.

5.4 Приготовление метиловых (этиловых) 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 (этилата натрия в этаноле) 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 в холодильнике не более 2 сут.

5.5 Подготовка хроматографа к измерению

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

6 Проведение измерения

6.1 На хроматографе устанавливают следующие условия анализа масел, не содержащих низкомолекулярных кислот (кроме масел типа кокосового);

температура термостата колонок — 180—190 °С;

температура испарителя — 250 °С;

температура печи детекторов — 200 °С;

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

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

Время выхода метилолеата не более 15 мин.

Относительные объемы удерживания метиловых (этиловых) эфиров жирных кислот ($V_г$ отн.), определяющие порядок выхода их из хроматографической колонки, а также обозначения жирных кислот, входящих в состав образующихся метиловых (этиловых) эфиров жирных кислот растительных масел, приведены ниже:

	Метиловые (этиловые) эфиры кислот	$V_г$ отн.
$C_{14:0}$	Тетрадекановая (миристиновая)	0,3
$C_{15:0}$	Пентадекановая	0,4
$C_{16:0}$	Гексадекановая (пальмитиновая)	0,5
$C_{16:1}$	Гексадеценовая (пальмитинолеиновая)	0,6
$C_{17:0}$	Гептадекановая (маргариновая)	0,7
$C_{17:1}$	Гептадеценовая (маргаринолеиновая)	0,8
$C_{18:0}$	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
$C_{20:0}$	Эйкозановая (арахиновая)	1,9
$C_{20:1}$	Эйкозеновая (гондоиновая)	2,1
$C_{20:2}$	Эйкозадиеновая	2,5—2,6
$C_{22:0}$	Докозановая (бегеновая)	3,6
$C_{22:1}$	Докозеновая (эруковая)	3,9
$C_{22:2}$	Докозадиеновая	4,8
$C_{24:0}$	Тетракозановая (лигноцериновая)	7,2
$C_{24:1}$	Тетракозеновая (нервоновая)	7,7

6.2 На хроматографе устанавливают следующие условия анализа масел, содержащих низкомолекулярные жирные кислоты (C_6—C_{12}) типа кокосового масла:

температура термостата колонок программируется от 100 до 185 °С со скоростью 6—8 °С/мин, затем изотермический анализ при 185 °С;

температура испарителя — 250 °С;

температура печи детекторов — 200 °С;

скорость потока газа-носителя (азот, аргон, гелий) — 30—50 $см^3$/мин;

объем пробы — около 1 $мм^3$ раствора метиловых (этиловых) эфиров кислот в гексане.

Время выхода метилолеата 20—25 мин.

Порядок выхода метиловых (этиловых) эфиров жирных кислот:

$C_{6:0}$ Гексановая (капроновая),

$C_{8:0}$ Октановая (каприловая),

$C_{10:0}$ Декановая (каприновая),

$C_{12:0}$ Додекановая (лауриновая),

$C_{14:0}$ Тетрадекановая (миристиновая),

$C_{16:0}$ Гексадекановая (пальмитиновая),

$C_{18:0}$ Октадекановая (стеариновая),

$C_{18:1}$ Октадеценовая (олеиновая),

$C_{18:2}$ Октадекадиеновая (линолевая),

$C_{18:3}$ Октадекатриеновая (линоленовая),

$C_{20:0}$ Эйкозановая (арахиновая),

$C_{20:1}$ Эйкозеновая (гондоиновая),

$C_{22:0}$ Докозановая (бегеновая).

7 Обработка результатов

7.1 Расчет состава метиловых (этиловых) эфиров жирных кислот масла проводят методом внутренней нормализации.

Площадь пика компонента S_i, $мм^2$, вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot a_i , \qquad (1)$$

где h_i — высота пика, мм;

a_i — ширина, измеренная на половине высоты, мм.

Результат измерения высоты пика записывают в целых числах, ширину пика записывают до первого десятичного знака.

Сумму площадей всех пиков на хроматограмме $\sum_i S_i$ принимают за 100 %.

Массовую долю каждой кислоты масла X_i вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot 100}{\sum_i S_i} , \qquad (2)$$

где S_i — площадь пика метилового (этилового) эфира, $мм^2$;

$\sum_i S_i$ — сумма площадей всех пиков на хроматограмме, $мм^2$.

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

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух последовательных измерений.

Для расчета хроматограмм можно использовать интегрирующее устройство.

7.2 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 25—1819.0021—90 Секундомеры
[2] ТУ 25—1894.003—90 Секундомеры
[3] ТУ 6—09—3375—78 Гексан

МКС 67.200.10 Н69 ОКСТУ 9141

Ключевые слова: жирнокислотный состав, метиловые эфиры жирных кислот, газохроматографический анализ, получение метиловых (этиловых) эфиров жирных кислот