

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот

Часть 3

Получение метиловых эфиров жирных кислот с использованием гидроксида триметилсульфония (ГТМС)

Animal and vegetable fats and oils. Gas chromatography of fatty acid methyl esters. Part 3. Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH)

МКС 67.200.10

Дата введения 2025-06-01

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены"

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием "Казахстанский институт стандартизации и сертификации" на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2020 г. № 131-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО "Национальный орган по стандартизации и метрологии" Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 апреля 2025 г. № 281-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 12966-3-2020* введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2025 г.

* Вероятно, ошибка оригинала. Следует читать: ГОСТ ISO 12966-3-2020. - Примечание изготовителя базы данных.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 12966-3:2016* "Жиры и масла животные и растительные. Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот. Часть 3. Получение метиловых эфиров с применением гидроксида триметилсульфония (ГТМС)" ["Animal and vegetable fats and oils - Gas chromatography of fatty acid methyl esters - Part 3: Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH)", IDT].

* Доступ к международным и зарубежным документам, упомянутым в тексте, можно получить, обратившись в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

Международный стандарт подготовлен Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 34, подкомитетом SC 11 "Животные и растительные жиры и масла" Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного международного стандарта соответствующий ему межгосударственный стандарт, сведения о котором приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге "Межгосударственные стандарты"

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает ускоренный метод переэстерификации жиров и масел с использованием гидроксида триметилсульфония (ГТМС), катализируемого основанием, для приготовления метиловых эфиров жирных кислот. Метод применим только при подготовке метиловых эфиров жиров и масел для газожидкостного хроматографического (ГЖХ) анализа. Он применим ко всем жирам и маслам, за исключением жиров, полученных из молока и молочной продукции.

Изомеризация ненасыщенных жирных кислот происходит в незначительной степени, а изомеризованные жирные кислоты присутствуют в незначительных концентрациях ниже предела измерений. Поскольку изомеризация имеет место, процедура не рекомендуется для конъюгированной линолевой кислоты (КЛК).

От 70% до 80% свободных жирных кислот эстерифицируются. В случае конъюгированных циклопропиловых и циклопропениловых жирных кислот могут возникать побочные реакции, не мешающие определению жирных кислот.

Примечание - Настоящий стандарт основан на немецком стандартном методе C-VI 11e (98) [8].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной - последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 661, Animal and vegetable fats and oils - Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания)

3 Сущность метода

Пробу растворяют в трет-бутилметиловом эфире (ТМБЭ) и смешивают с раствором гидроксида триметилсульфония в метаноле. Глицериды подвергают щелочному катализу, происходит переэтерификация и образуются метиловые эфиры жирных кислот [4]-[8].

Свободные жирные кислоты превращаются в соли, которые пиролизуются в инжекторе в метиловые эфиры и диметилсульфид. Избыток реагента при пиролизе разлагается на метанол и диметилсульфид. Для получения полной пиролитической реакции необходим горячий инжектор (делитель потока) при минимальной температуре 250 °С.

Для определения короткоцепочечных жирных кислот (от C₄ до C₈) в качестве внутреннего стандарта используется метиловый эфир валериановой кислоты. Липиды, содержащие гидроксигруппы, частично превращаются в производные О-метилового эфира, которые могут оказывать мешающее влияние на метиловые эфиры жирных кислот при ГЖК разделении [9]. В начале хроматограммы (область C₄) могут наблюдаться пики растворителя, свидетельствующие о реакции. Эти пики не принимаются во внимание.

4 Реактивы

Предупреждение - Необходимо соблюдать меры предосторожности при обращении с опасными веществами.

Используют только реактивы признанной аналитической степени чистоты, если не указано иное.

4.1 Трет-бутилметиловый эфир (ТМБЭ).

4.2 Гидроксид триметилсульфония (ГТМС), концентрация 0,2 моль/дм³ в метаноле.

Концентрацию раствора можно определить ацидиметрически: разбавить 5,0 см³ раствора 10 см³ метанола, добавить две капли фенолфталеина и титровать в 0,1 моль/дм³ соляной кислоты. Концентрация должна быть не менее 0,15 моль/дм³.

Примечание - Раствор может храниться 2 месяца при температуре 4 °С в закрытых пробирках.

5 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование.

5.1 **Пробирки** вместимостью 2 см³ (виалы для автоматического дозатора).

5.2 **Мерные пипетки** вместимостью 0,25, 0,5 и 1 см³, класс А по ISO 835 [1].

6 Отбор проб

Проба, поступающая в лабораторию, должна быть репрезентативной, не поврежденной или измененной при транспортировке или хранении.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте.

Рекомендованный метод отбора проб приведен в ISO 5555 [3].

7 Подготовка пробы

Проба должна быть жидкой, сухой и прозрачной. Подготовку пробы проводят в соответствии с ISO 661 с нагревом чуть выше ее температуры плавления. Твердые пробы аккуратно расплавляют при температуре выше температуры плавления не более чем на 10 °С и перемешивают. Следует избегать перегрева.

Пробы, содержащие воду, растворяют в петролейном эфире и высушивают в течение 30 мин при помощи добавления безводного сульфата натрия.

Осушающий реагент удаляют фильтрацией через фильтровальную бумагу, осадок тщательно промывают петролейным эфиром. Растворитель затем удаляют с помощью ротационного испарителя.

8 Выполнение измерения

8.1 В пробирку вместимостью 2 см³ помещают навеску (10±2) мг пробы для испытания.

8.2 К навеске пипеткой (5.2) вносят 0,5 см³ МТБЭ в пробирку и растворяют ее, осторожно нагревая (при необходимости).

Примечание - Для определения короткоцепочечных жирных кислот (от C₄ до C₈) в качестве внутреннего стандарта используется метиловый эфир валериановой кислоты. Раствор внутреннего стандарта используют для растворения пробы.

8.3 В полученный раствор пипеткой (5.2) добавляют 0,25 см³ раствора (ГТМС) (4.2) и интенсивно встряхивают в течение 30 с. Затем готовый раствор вводят (инжектируют) в газовый хроматограф. Так как метиловые эфиры образуются в процессе впрыска, температура инжектора должна быть не менее 250 °С.

При необходимости раствор разбавляют смесью МТБЭ и метанола (9:1).

ВАЖНО - Свободные жирные кислоты реагируют с ГТМС с образованием солей, которые вступают в реакцию пиролиза в эфире и диметилсульфиде в инжекторе. Температура инжектора 250 °С. Во избежание блокировки капилляра делитель потока должен иметь соответствующий внутренний диаметр (>1 мм). Он должен регулярно очищаться нагреванием или промыванием растворителем. Делитель потока должен быть защищен ловушкой с активированным углем.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a) результат определения;
- b) данные об используемом методе и ссылке на настоящий стандарт;
- c) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- d) сведения об условиях испытания, не указанных в настоящем стандарте или рассматриваемых как необязательные, а также о любых обстоятельствах, которые могли повлиять на результат(ы).

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 661	IDT	ГОСТ ISO 661-2016 "Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания"
Примечание - В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT - идентичный стандарт.		

Библиография

- [1] ISO 835 Laboratory glassware - Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные пипетки)
- [2] ISO 1042 Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной отметкой)
- [3] ISO 5555 Animal and vegetable fats and oils - Sampling (Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб)
- [4] Butte W.J. Butte Rapid method for the determination of fatty acid profiles from fats and oils using trimethylsulfonium hydroxide for transesterification. J. Chromatogr. A. 1983, 261 pp. 142-145
- [5] Schulte E. and Weber K. Rapid preparation of fatty acid methyl esters from fats with trimethylsulfonium hydroxide or sodium methylate. Fat Sci. Technol. 1989, 91 pp. 181-183
- [6] Arens M., Schulte E., Weber K. Fettsäuremethylester, Umesterung mit trimethylsulfoniumhydroxid [Fatty acid methyl esters, transesterification with trimethylsulfonium hydroxide]. Fat Sci. Technol. 1994, 96 pp. 67-68
- [7] El-Hamdy A.H. and Christie W.W. Preparation of methyl esters of fatty acids with trimethylsulphonium hydroxide - An appraisal. J. Chromatogr. A. 1993, 630 pp. 438-441
- [8] Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft Deutsche Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Fettprodukten, Tensiden und verwandten Stoffen/German standard methods for the analysis of fats and other lipids. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart, 2008
- [9] Vosmann K., Schulte E., Klein E., Weber N. Reactions of lipids containing hydroxy groups with trimethylsulfonium hydroxide: Formation of O-methyl derivatives. Lipids. 1996, 31 pp. 349-352

УДК 547.915:006.354

МКС 67.200.10

IDT

Ключевые слова: жиры и масла животные и растительные, приготовление пробы для испытания, проба для испытания, перемешивание, фильтрование, жидкая проба, твердая проба, высушивание

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ФГБУ "РСТ", 2025