

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
12966-3**

Первое издание
2009-12-15

Жиры и масла животные и растительные. Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот.

Часть 3.

Получение метиловых эфиров с применением гидроксида триметилсульфония (TMSH)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/714d0fb6-e909-488e-9455-706c00000000/iso-12966-3-2009>

Animal and vegetable fats and oils — Gas chromatography of fatty acid methyl esters —

Part 3: Preparation of methyl esters using trimethylsulfonium hydroxide (TMSH)

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R (Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 12966-3:2009(R)

© ISO 2009

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12966-3:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/714d0fb6-e909-488e-9455-706eb6969ac6/iso-12966-3-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO осуществляет тесное сотрудничество с международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Главная задача технических комитетов состоит в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Обращается внимание на возможность патентования некоторых элементов данного международного стандарта. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо или всех таких патентных прав.

ISO 12966-3 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Жиры и масла животные и растительные*.

ISO 12966 состоит из следующих частей под общим заглавием *Жиры и масла животные и растительные. Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот*:

- *Часть 2. Получение метиловых эфиров жирных кислот*
- *Часть 3. Получение метиловых эфиров жирных кислот с применением гидроксида триметилсульфония (TMSH)*

Следующая часть находится в стадии разработки:

- *Часть 4. Определение цис-, транс-, насыщенных, моно- и полиненасыщенных жирных кислот в маслах и жирах нежвачных животных или растительного происхождения*

Следующая часть планируется:

- *Часть 1. Руководящие указания по газовой хроматографии*

Жиры и масла животные и растительные. Газовая хроматография метиловых эфиров жирных кислот.

Часть 3.

Получение метиловых эфиров с применением гидроксида триметилсульфония (TMSH)

1 Область применения

В настоящей части ISO 12966 устанавливается быстрый метод катализированной основанием трансэстерификации жиров и масел с применением гидроксида триметилсульфония (TMSH) для получения метиловых эфиров жирных кислот. Метод применим для приготовления метиловых эфиров жиров и масел только для газожидкостного хроматографического анализа (GLC). Он годится для всех жиров и масел, включая молочный жир и смеси, содержащие молочный жир. Изомеризация ненасыщенных жирных кислот происходит только в незначительной степени, и изомеризованные жирные кислоты присутствуют только в пределах определения. Поскольку изомеризация имеет место, данная процедура не рекомендуется для сопряженной линолевой кислоты (CLA). Так как анализ CLA некорректный, этот метод не применим для определения полного состава жирных кислот в пробах молочного жира.

Только от 70 % до 80 % свободных жирных кислот превращаются в сложный эфир. В случае сопряженных циклопропиловой и циклопропениловой жирных кислот возможны побочные реакции, но они не мешают определению жирных кислот.

ПРИМЕЧАНИЕ Эта часть ISO 12966 основана на Германском стандартном методе C-VI 11e (98) (см. Ссылку [8]).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 661, Жиры и масла животные и растительные . Приготовление пробы для испытания

3 Сущность метода

Пробу растворяют в *трет*-бутилметиловом эфире (ТВМЕ) и смешивают с метанольным раствором гидроксида триметилсульфония. Метиловые эфиры жирных кислот получают посредством трансэстерификации глицеридов с использованием основания в качестве катализатора (см. Ссылки [4] до [8]). Свободные жирные кислоты превращаются в соли, которые подвергаются пиролизу в инжекторе с образованием метиловых эфиров и диметилсульфида. Избыточный реактив также разлагается на метанол и диметилсульфид. Чтобы получить полную пиролитическую реакцию, нужен горячий инжектор (щелевая инъекция) при температуре не менее 250 °С.

Для определения жирных кислот с короткой цепочкой (C₄ до C₈) метиловый эфир валериановой кислоты используется в качестве внутреннего стандартного образца. Липиды, содержащие

гидроксильные группы, превращаются в соответствующие *O*-метилэфиры, которые могут мешать метиловым эфирам жирных кислот в GLC разделении (Ссылка [9]). В начальной части хроматограммы (область C_4) могут появиться пики, связанные с этим реактивом. Эти пики не учитывают.

4 Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Обращается внимание на регламент, который определяет работу с опасными веществами. Должны соблюдаться технические, организационные и персональные меры безопасности.

Для анализа, если нет других указаний, следует использовать реактивы и растворители только признанного аналитического класса.

4.1 *трет*-Бутилметиловый эфир (ТВМЕ).

4.2 Гидроксид триметилсульфония (TMSH), метанольный раствор, концентрация вещества $c(\text{Me}_3\text{SOH}) = 0,2$ моль/л.

Содержание раствора можно определить посредством ацидиметрии: разбавляют 5,0 мл раствора посредством 10 мл метанола, добавляют две капли фенолфталеина и титруют относительно 0,1 моль/л HCl. Концентрация раствора должна быть не менее 0,15 моль/л.

ПРИМЕЧАНИЕ Раствор остается стабильным как минимум два месяца при хранении небольшими количествами при 4 °C в закрытых пробирках.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Аппаратура

Используется обычное лабораторное оборудование и в частности:

5.1 Пробирки, вместимостью 2 мл с притертой стеклянной пробкой (пробирки с автоматическим пробоотборником).

5.2 Градуированные пипетки, вместимостью 250 мкл, 500 мкл и 1 000 мкл, ISO 835^[1] класс А.

6 Отбор проб

В лабораторию должна быть отправлена репрезентативная проба. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортировки и хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в этой части ISO 12966. Рекомендуемый метод отбора проб дан в ISO 5555^[3].

7 Приготовление испытательного образца

Испытательный образец должен быть жидким, безводным и прозрачным. Приготавливать образец следует согласно ISO 661, но нагревать выше температуры плавления.

Твердые пробы тщательно расплавляют при температуре не более чем на 10 °C выше их температур плавления и перемешивают. Следует избегать перегрева.

Пробы, содержащие воду, растворяют в петролейном эфире и сушат в течение 30 мин путем добавления безводного сульфата натрия. Сушильный агент удаляют фильтрацией через гофрированную фильтровальную бумагу и остаток тщательно промывают петролейным эфиром. Растворитель затем удаляют с помощью роторного испарителя.

8 Процедура

8.1 Отвешивают в испытательную пробирку (5.1) (10 ± 2) мг испытательного образца.

8.2 Вводят пипеткой (5.2) 500 мкл ТВМЕ (4.1) в испытательную пробирку и растворяют образец при слабом нагревании, если необходимо.

ПРИМЕЧАНИЕ Для определения жирных кислот с короткой цепочкой (C_4 до C_8) применяют метиловый эфир валериановой кислоты в качестве внутреннего стандартного образца. Внутренний стандартный раствор используется для растворения пробы.

8.3 Вводят пипеткой (5.2) 250 мкл раствора TMSH (4.2) в испытательную пробирку и интенсивно встряхивают в течение 30 с. После этого раствор готов для инжектирования в газовый хроматограф. Так как во время инжектирования образуются метиловые эфиры, температура инжектора должна быть как минимум $250\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Если необходимо, используют смесь ТВМЕ и метанола (9 объемов + 1 объем) для разбавления раствора.

ВАЖНО — Свободные жирные кислоты взаимодействуют с TMSH, образуя соответствующие соли, которые разлагаются в инжекторе на метиловые эфиры и диметилсульфид. Поэтому температура инжектора должна быть $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. Для предотвращения блокировки капилляр щелевого отверстия должен иметь подходящий внутренний диаметр ($> 1\text{ мм}$). Его следует очищать регулярным нагревом или промывкой растворителем. Кроме того клапан щелевого отверстия должен быть защищен ловушкой с активированным углем.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать как минимум следующую информацию:

- a) результат определения;
- b) используемый метод с указанием ссылки на эту часть ISO 12966;
- c) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- d) все рабочие детали, не установленные в этой части ISO 12966 или рассматриваемые как необязательные, вместе с деталями любого инцидента, который мог повлиять на результат(ы).

Библиография

- [1] ISO 835, *Посуда лабораторная стеклянная . Мерные градуированные пипетки*
- [2] ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*
- [3] ISO 5555, *Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб*
- [4] BUTTE, W.J. Rapid method for the determination of fatty acid profiles from fats and oils using trimethylsulfonium hydroxide for transesterification. *J. Chromatogr.* 1983, **261**, pp. 142-145
- [5] SCHULTE, E., 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., 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*. Stuttgart: Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, 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

[ISO 12966-3:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/714d0fb6-e909-488e-9455-706eb6969ac6/iso-12966-3-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/714d0fb6-e909-488e-9455-706eb6969ac6/iso-12966-3-2009>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12966-3:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/714d0fb6-e909-488e-9455-706eb6969ac6/iso-12966-3-2009>

МКС 67.200.10

Цена определяется из расчета 4 страниц