

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО  
5508—  
2010

---

## ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ ЖИРЫ И МАСЛА

Определение метиловых эфиров жирных кислот  
(FAME) газовой хроматографией

ISO 5508:1990  
Animal and vegetable fats and oils — Analysis by gas chromatography of methyl  
esters of fatty acids  
(IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2012

## 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 на русский язык 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 29 декабря 2010 г. № 1150-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 5508:1990 «Животные и растительные жиры и масла. Определение метиловых эфиров жирных кислот газовой хроматографией» (ISO 5508:1990 «Animal and vegetable fats and oils — Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

### 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, 2012

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 Реактивы . . . . .                                                                                                                                                                                                       | 1 |
| 4 Аппаратура . . . . .                                                                                                                                                                                                     | 2 |
| 5 Требования к проведению испытания . . . . .                                                                                                                                                                              | 3 |
| 6 Запись результатов . . . . .                                                                                                                                                                                             | 6 |
| 7 Альтернативный способ — использование детектора катарометра (работающего на принципе изменений теплопроводности) . . . . .                                                                                               | 8 |
| 8 Протокол испытания . . . . .                                                                                                                                                                                             | 8 |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов<br>ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим<br>в этом качестве межгосударственным стандартам) . . . . . | 9 |



## ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ ЖИРЫ И МАСЛА

## Определение метиловых эфиров жирных кислот (FAME) газовой хроматографией

Animal and vegetable fats and oils.  
Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids (FAME)

Дата введения — 2012—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования определения качественного и количественного состава смеси метиловых эфиров жирных кислот, подготовленных в соответствии с методом ИСО 5509, газовой хроматографией с применением набивной и/или капиллярной колонок.

Настоящий стандарт не распространяется на полимеризованные жирные кислоты.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий международный стандарт\*:

ИСО 5509 Животные и растительные жиры и масла. Получение метиловых эфиров жирных кислот (ISO 5509, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of methyl esters of fatty acids)

## 3 Реактивы

### 3.1 Газ-носитель

Инертный газ (азот, гелий, аргон, водород и т. д.), тщательно высушенный, с содержанием кислорода не более 10 мг/кг.

Примечание 1 — Водород, используемый в качестве газа-носителя только в капиллярных колонках, может в два раза увеличить скорость анализа, что опасно. Имеются предохранительные устройства.

### 3.2 Вспомогательные газы

3.2.1 Водород, свободный от органических примесей, с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

3.2.2 Воздух или кислород, свободные от органических примесей.

### 3.3 Эталон

Смесь метиловых эфиров чистых жирных кислот или метиловые эфиры жиров известного состава, аналогичные анализируемому продукту.

Чтобы предотвратить окисление полиненасыщенных жирных кислот, следует соблюдать аккуратность.

\* Для датированных ссылок используют только указанное издание стандарта. В случае недатированных ссылок — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

## 4 Аппаратура

Данные требования относятся к оборудованию для газовой хроматографии, имеющему набивную и/или капиллярную колонку и пламенно-ионизационный детектор. Можно использовать аппаратуру, обеспечивающую эффективность и разрешение, установленные в 5.1.1.2.

### 4.1 Газовый хроматограф

Газовый хроматограф должен включать следующие элементы:

#### 4.1.1 Система впрыска

Используют любую из двух систем впрыска:

а) с набивными колонками, имеющими наименьшее мертвое пространство (в этом случае система впрыска должна быть способна нагреваться до температуры на  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  —  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  выше температуры колонки);

б) с капиллярными колонками, в которых система впрыска должна быть конкретно предназначена для применения в таких колонках. Это может быть щелевой или бесщелевой тип инжектора колонки.

**Примечание 2** — При отсутствии в испытуемом образце жирных кислот с числом атомов углерода менее 16 можно использовать инжектор сдвигающейся иглой.

#### 4.1.2 Термостат

Термостат должен обеспечивать нагревание колонки до температуры не менее  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$  и поддерживать необходимую температуру в пределах  $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  для набивной колонки и  $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  — для капиллярной колонки. Последнее требование важно, когда для набивки используют плавный кремнезем. Во всех случаях рекомендуется применение программируемого подъема температуры для жирных кислот с атомами углерода менее чем 16.

#### 4.1.3 Набивная колонка

4.1.3.1 Колонка, изготовленная из материала, инертного к анализируемым веществам (т. е. стекло или нержавеющая сталь), размерами:

а) длина — от 1 до 3 м. Относительно короткую колонку следует использовать в случае, когда присутствуют жирные кислоты с цепью свыше  $\text{C}_{20}$ . При анализе кислот с 4 или 6 атомами кислорода рекомендуется использовать колонку длиной 2 м;

б) внутренний диаметр — от 2 до 4 мм.

**Примечание 3** — Если присутствуют полиненасыщенные компоненты с тремя двойными связями и более, их можно разложить в колонке из нержавеющей стали.

**Примечание 4** — Можно использовать систему с набивными спаренными колонками.

#### 4.1.3.2 Набивная колонка включает следующие элементы:

а) твердый носитель — диатомовая земля (инфузорная земля, кизельгур), промытая кислотой и обработанная силаном, или другой пригодный инертный носитель с узким диапазоном размера зерна (диапазоном 25 мкм в пределах от 125 до 200 мкм), причем средний размер зависит от внутреннего диаметра и длины колонки;

б) стационарная фаза.

Полярные жидкости — полиэфиры, например полисукцинат диэтиленгликоля, полисукцинат бутандиола, этиленгликольполиадипат и т. д., циансиликоны или любая другая жидкость, позволяющая получить требуемое хроматографическое разделение (см. раздел 5). Стационарная фаза составляет от 5 % масс. до 20 % масс. набивки. Неполярная стационарная фаза сможет быть использована для каких-то определенных разделений.

#### 4.1.3.3 Кондиционирование колонки

При отсоединенной от детектора колонке постепенно нагревают термостат до температуры  $185\text{ }^{\circ}\text{C}$  и пропускают поток инертного газа через свежеподготовленную колонку со скоростью 20 — 60 см<sup>3</sup>/мин в течение 16 ч и еще 2 ч при температуре  $195\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

#### 4.1.4 Капиллярная колонка

4.1.4.1 Трубку изготавливают из материала, инертного к анализируемым веществам (обычно стекла или плавленого кремнезема). Внутренний диаметр должен быть в пределах от 0,2 до 0,8 мм. Внутреннюю поверхность колонки подвергают соответствующей обработке (т. е. подготовке поверхности и инактивированию) до покрытия стационарной фазой. В большинстве случаев достаточной является длина колонки 25 м.

4.1.4.2 В качестве стационарной фазы обычно используют типичные полигликоли (полиэтиленгликоль 20000), полиэфир (бутандиол полисукцинат) или полярный полисилоксан (циансиликоны). При-

годны хроматографические колонки с фазой, привитой на ее внутренней поверхности. Внутреннее покрытие колонки должно быть толщиной от 0,1 до 0,2 мкм.

**Примечание 5** — При использовании полярных полисилоксанов возможны трудности при идентификации и разделении линолевой кислоты и  $C_{20}$  кислот.

#### 4.1.4.3 Сборка и кондиционирование колонки

При сборке капиллярных колонок соблюдают обычные меры предосторожности, т. е. установку колонки в термостате (поддерживающее устройство), выбор и сборку соединений (непроницаемость к утечкам), позиционирование концов колонки в инжекторе и установку детектора (сокращение мертвых пространств). Колонку помещают в поток газа-носителя давлением 0,3 бара (3 кПа) для колонки длиной 25 м и внутренним диаметром 0,3 мм.

Кондиционируют колонку путем программирования изменения температуры термостата от температуры окружающей среды до температуры на 10 °C ниже предела разложения стационарной фазы со скоростью 3 °C/мин. Указанную температуру термостата поддерживают в течение 1 ч до стабилизации нулевой линии. Для работы в изотермических условиях температуру возвращают к 180 °C.

**Примечание 6** — Коммерчески доступны предварительно кондиционированные колонки, способные нагреваться соответствующим образом до температуры выше указанной.

#### 4.1.5 Детектор

Детектор должен выдерживать нагрев до температуры выше, чем температура колонки.

#### 4.2 Шприц

Градуированный шприц вместимостью не более 10 мкл, с ценой деления 0,1 мкл.

#### 4.3 Самописец

При использовании для расчета кривой самописца состава анализируемой смеси требуется электронный регистратор высокой прецизионности, совместимый с используемой аппаратурой.

Регистратор (самописец) должен иметь следующие характеристики:

- а) быстроту срабатывания 1—1,5 с, лучше 1 с (быстрота срабатывания — это время, необходимое регистрирующему перу, чтобы пройти от 0 % до 90 % после внезапного ввода 100%-ного сигнала);
- б) ширину бумаги не менее 20 см;
- в) скорость движения бумаги, регулируемую до значений от 0,4 см<sup>3</sup>/мин до 0,25 см<sup>3</sup>/мин.

#### 4.4 Интегратор или калькулятор (любой)

Быстрый и точный расчет можно проводить с помощью электронного интегратора или калькулятора. Это должно давать линейный отклик с адекватной чувствительностью, и корректировка вследствие отклонения нулевой линии должна быть удовлетворительной.

## 5 Требования к проведению испытания

Операции, описанные в 5.1—5.3, относятся к испытанию с применением пламенно-ионизационного детектора. В качестве альтернативы можно использовать газовый хроматограф, использующий детектор катарометра (работающий на принципе изменений теплопроводности). Рабочие условия в этом случае устанавливают в соответствии с разделом 7.

### 5.1 Условия испытания

#### 5.1.1 Выбор оптимальных рабочих условий

##### 5.1.1.1 Набивная колонка

При выборе условий испытания следует учитывать следующие переменные:

- а) длину и диаметр колонки;
- б) природу и количество стационарной фазы;
- в) температуру колонки;
- г) поток газа-носителя;
- д) требуемое разрешение;
- е) размер порции испытуемого образца, выбираемой таким способом, чтобы комплект детектора и электрометра давал линейный отклик;
- ж) длительность анализа.

Значения, указанные в таблицах 1 и 2, приводят к желаемым результатам, т. е. должно быть не менее чем 2000 теоретических тарелок на 1 м длины колонки для элюирования метилстеарата в пределах 15 мин.

Если аппаратура допускает, то инжектор должен находиться при температуре приблизительно 200 °С, а детектор — при температуре, равной температуре колонки, или выше.

Как правило, отношение скорости потока водорода, подаваемого к пламенно-ионизационному детектору, к скорости потока газа-носителя изменяется от 1:2 до 1:1 в зависимости от диаметра колонки. Скорость потока кислорода выше скорости потока водорода приблизительно в 5—10 раз.

Т а б л и ц а 1 — Скорости потоков газа-носителя

| Внутренний диаметр колонки, мм | Поток газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин |
|--------------------------------|-------------------------------------------|
| 2                              | 15—25                                     |
| 3                              | 20—40                                     |
| 4                              | 40—60                                     |

Т а б л и ц а 2 — Температура колонки

| Концентрация стационарной фазы, % масс. | Температура колонки, °С |
|-----------------------------------------|-------------------------|
| 5                                       | 175                     |
| 10                                      | 180                     |
| 15                                      | 185                     |
| 20                                      | 185                     |

### 5.1.1.2 Капиллярная колонка

Характеристики эффективности и проницаемости капиллярных колонок означают, что разделение составных частей и продолжительность анализа в большей степени зависят от скорости потока газа-носителя в колонке (улучшения разделения или быстрого проведения анализа). Необходимо оптимизировать рабочие условия, воздействуя на этот параметр (или на потерю напора колонки).

**5.1.2 Определение числа теоретических тарелок (эффективность) и разрешение** (см. рисунок 1)

Выполняют анализ смеси метилстеарата и метилолеата приблизительно в равных пропорциях (например, метиловые эфиры из масла какао).

Выбирают температуру колонки и потока газа-носителя для того, чтобы максимум пика метилстеарата регистрировался примерно через 15 мин после пика растворителя.

Используют такое достаточное количество смеси метиловых эфиров, чтобы пик метилстеарата занимал примерно три четверти полной шкалы.

Рассчитывают количество теоретических тарелок  $n$  (эффективность) по формуле

$$n = 16 \left( \frac{d_{r(1)}}{w_{1(1)}} \right)^2 \quad (1)$$

и разрешение  $R$  по формуле

$$R = \left( \frac{2\Delta}{w_{1(1)} + w_{2(1)}} \right) \quad (2)$$

где  $d_{r(1)}$  — величина удерживания от начала хроматограммы до максимума пика метилстеарата, мм;

$w_{1(1)}$  и  $w_{2(1)}$  — ширина пика метилстеарата и ширина пика метилолеата соответственно, измеренная между точками пересечения касательных в точках перегиба кривой с нулевой линией, мм;

$\Delta$  — расстояние между максимумами пиков для метилстеарата и метилолеата, мм.

Выбирают рабочие условия, которые дают не менее чем 2000 теоретических тарелок на 1 м длины колонки для метилстеарата и разрешение не менее 1,25.

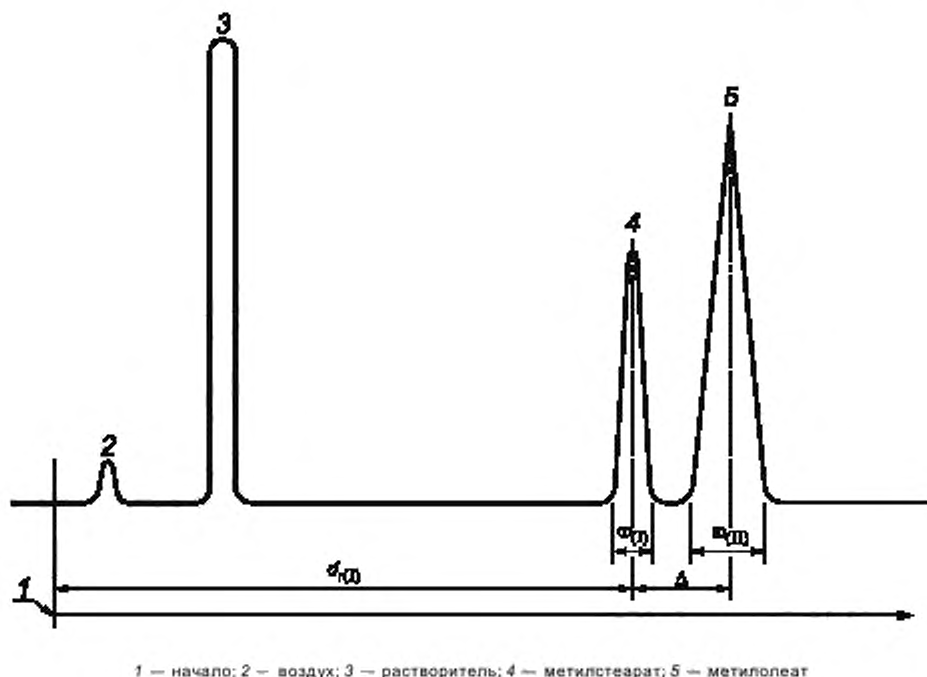


Рисунок 1 — Хроматограмма для определения числа теоретических тарелок (эффективность) и разрешение

## 5.2 Проба для испытания

Используя шприц (4.2), берут 0,1—0,2 мкл раствора метиловых эфиров, подготовленных в соответствии с ИСО 5509, и впрыскивают в колонку.

При отсутствии готового раствора эфиров его готовят, растворяя приблизительно 100 мг/см<sup>3</sup> смеси метиловых эфиров в гептане качества, пригодного для хроматографии, и впрыскивают 0,1—1 мкл этого раствора.

Если анализ предназначен для компонентов, присутствующих только в следовых количествах, то размер порции для испытания можно увеличить в 10 раз.

## 5.3 Испытание

Рабочие условия определены в 5.1.1. Тем не менее работают и при более низкой температуре колонки, когда требуется определение жирных кислот с числом атомов углерода менее 12, и при более высокой температуре при определении жирных кислот с числом атомов углерода более 20.

Иногда используют температурное программирование в обоих этих случаях.

Если образец содержит метиловые эфиры жирных кислот с числом атомов углерода менее чем 12, образец впрыскивают при 100 °C (или при температуре, равной 50 °C—60 °C, если присутствует масляная кислота) и сразу повышают температуру до оптимальной со скоростью от 4 °C/мин до 8 °C/мин. В определенных случаях можно сочетать эти две процедуры.

После программируемого нагрева продолжают элюирование при постоянной температуре до элюирования всех компонентов. Если прибор не имеет программируемого нагрева, используют его при двух зафиксированных температурах от 100 °C до 195 °C.

При необходимости выполняют анализ на двух фиксированных фазах с разными полярностями для подтверждения отсутствия перекрывающихся пиков, например для рыбьих жиров и в случае одновременного присутствия сопряженных  $C_{18:3}$  и  $C_{20:0}$  или  $C_{18:3}$  и  $C_{18:2}$ .

## 5.4 Подготовка сравнительной хроматограммы и сравнительных графиков

Анализируют смесь эталонов (3.3) в тех же самых рабочих условиях, что и при анализе образца, и измеряют время удерживания и расстояние удерживания для составляющих жирных кислот на логариф-

мической бумаге с половинной сеткой, строят для любой степени ненасыщения графики, показывающие зависимость (функцию логарифма) времени или расстояния удерживания от числа атомов углерода.

В изотермических условиях графики для кислот с открытой цепью той же самой степенью ненасыщения должны быть прямыми линиями. Эти линии должны быть приблизительно параллельными. Необходимо избегать условий, при которых существуют перекрывающиеся пики, т. е. разрешение недостаточно для разделения двух компонентов.

## 6 Запись результатов

### 6.1 Качественный анализ

Идентифицируют пики метиловых эфиров для образца по графикам, подготовленным по 5.4, интерполяцией.

### 6.2 Количественный анализ

#### 6.2.1 Определение состава

Кроме исключительных случаев, используют метод внутренней нормализации, т. е. предполагают, что на хроматограмме представлены все компоненты, чтобы сумма площадей пиков составляла 100 % компонентов (полное вымывание).

Если оборудование содержит интегратор, то используют полученные диаграммы. Если не содержит, то определяют площадь каждого пика, умножая высоту пика на ширину в середине его высоты, и при необходимости учитывают различные изменения чувствительности (затухания), используемые в течение регистрации.

#### 6.2.2 Метод расчета

##### 6.2.2.1 Общий случай

Рассчитывают процентное содержание по массе данного  $i$ -го компонента метиловых эфиров, как отношение площади соответствующего пика к сумме площадей всех пиков, по следующей формуле

$$\frac{A_{ij}}{\sum A} 100, \quad (3)$$

где  $A_{ij}$  — площадь пика  $i$ -го компонента;

$\sum A$  — сумма площадей всех пиков.

Округляют результат до одного десятичного знака.

**Примечание 7** — Считают, что результат расчета, основанный на отношении площадей, соответствует результату в процентах по массе. Для случаев, в которых не допускается это предположение, см. 6.2.2.2.

##### 6.2.2.2 Применение поправочных коэффициентов

В некоторых случаях, например в присутствии жирных кислот с числом атомов углерода менее 8 или кислот с вторичными группами, при использовании детекторов теплопроводности, для достижения наивысшей точности при преобразовании площадей пиков в проценты в массовые проценты компонентов следует использовать поправочные коэффициенты.

Поправочные коэффициенты определяют с помощью хроматограммы, полученной сравнительным анализом смеси метиловых эфиров с известной композицией, выполненным в рабочих условиях, идентичных тем, что использовались для анализа образца.

Для этой сравнительной смеси процентное содержание  $i$ -го компонента определяют по формуле

$$\frac{m_i}{\sum m} 100, \quad (4)$$

где  $m_i$  — масса  $i$ -го компонента в сравнительной смеси;

$\sum m$  — сумма масс различных компонентов сравнительной смеси.

Исходя из хроматограммы сравнительной смеси (5.4), рассчитывают процентное отношение площади  $i$ -го компонента следующим образом

$$\frac{A_i}{\sum A} 100, \quad (5)$$

где  $A_i$  — площадь пика  $i$ -го компонента;

$\sum A$  — сумма площадей всех пиков.

Поправочный коэффициент в таком случае рассчитывают как

$$K_i = \frac{m_i \Sigma A}{A_i \Sigma m}, \quad (6)$$

где  $m_i$  — масса  $i$ -го компонента в сравнительной смеси;

$\Sigma m$  — сумма масс различных компонентов сравнительной смеси;

$A_i$  — площадь пика  $i$ -го компонента;

$\Sigma A$  — сумма площадей всех пиков.

Обычно поправочные коэффициенты выражают относительно  $K_{C_{18}}$ , чтобы относительные коэффициенты стали

$$K'_i = \frac{K_i}{K_{C_{18}}} \quad (7)$$

Для образца содержание каждого  $i$ -го компонента, выражаемое как процентное содержание по массе метиловых эфиров, равно

$$\frac{K'_i A_i}{\Sigma (K'_i \cdot 100)} \cdot 100. \quad (8)$$

Результаты округляют до одного десятичного знака.

#### 6.2.2.3 Применение внутреннего стандарта

В определенных анализах, например при определении количества не всех жирных кислот, как например когда кислоты с 4 и 6 атомами углерода присутствуют вместе с кислотами с 16—18 атомами углерода, или где необходимо определить абсолютное количество жирной кислоты в образце, следует использовать внутренний стандарт.

Часто используют жирные кислоты с 5, 15 и 17 атомами углерода. Следует определить поправочный коэффициент (при наличии) для внутреннего стандарта.

Процентное содержание по массе  $i$ -го компонента, выражаемое как метиловые эфиры, определяют по формуле

$$\frac{m_s K'_i A_i}{m K'_s A_s} \cdot 100, \quad (9)$$

где  $m_s$  — масса внутреннего стандарта, мг;

$K'_i$  — поправочный коэффициент  $i$ -го компонента (относительно  $K_{C_{18}}$ );

$A_i$  — площадь пика  $i$ -го компонента;

$m$  — масса испытуемого образца, мг;

$K'_s$  — поправочный коэффициент для внутреннего стандарта (относительно  $K_{C_{18}}$ );

$A_s$  — площадь пика, соответствующая внутреннему стандарту.

Результаты округляют до одного десятичного знака.

#### 6.2.3 Прецизионность

Значения повторяемости и воспроизводимости, приведенные ниже, охватывают подготовку метиловых эфиров в соответствии с ИСО 5509 вместе с газохроматографическим анализом, описанным в настоящем стандарте.

##### 6.2.3.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, выполненными в определенной последовательности одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре на одной и той же пробе для компонентов, равных более чем 5 % масс., не должно превышать 3 % (относительных) определенного значения с максимумом 1 % масс.

Для компонентов, присутствующих в меньших количествах, это расхождение не должно превышать значение 0,2 % масс.

##### 6.2.3.2 Воспроизводимость

Расхождение между значениями окончательного результата, полученного двумя разными лабораториями при использовании настоящего метода для анализа одного и того же лабораторного образца относительно компонентов, равных более чем 5 % масс., не должно превышать 10 % (относительных) определенного значения с максимумом 3 % масс.

Для компонентов, присутствующих в меньших количествах, это расхождение не должно превышать значение 0,5 % масс.

## 7 Альтернативный способ — использование детектора катарометра (работающего на принципе изменений теплопроводности)

7.1 Газовый хроматограф, использующий детектор, работающий на принципе изменений теплопроводности (катарометр), можно также использовать для определения качественной и количественной композиций смеси метиловых эфиров жирных кислот. При его применении следует модифицировать условия, установленные в разделах 4 и 5, в соответствии с таблицей 3.

Для качественного анализа используют поправочные коэффициенты, определенные в 6.2.2.2.

Т а б л и ц а 3 — Условия применения катарометра

| Переменная                                | Значение/условие                                                                         |
|-------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| Колонка                                   | Длина — от 2 до 4 м, внутренний диаметр — 4 мм                                           |
| Носитель (твердый)                        | Размер зерна — 160—200 мкм                                                               |
| Концентрация стационарной фазы            | От 15 % масс. до 25 % масс.                                                              |
| Газ-носитель                              | Гелий или, при его отсутствии, водород с насколько возможно низким содержанием кислорода |
| Вспомогательные (дополнительные) газы     | —                                                                                        |
| Температура инжектора                     | От 40 °C до 60 °C выше температуры колонки                                               |
| Температура колонки                       | От 180 °C до 200 °C                                                                      |
| Поток газа-носителя                       | Обычно между 60 и 80 см <sup>3</sup> /мин                                                |
| Размер впрыскиваемой порции для испытания | От 0,5 до 2 мкл                                                                          |

## 8 Протокол испытания

8.1 В протоколе испытания необходимо указать методы, используемые для подготовки метиловых эфиров и газохроматографического анализа и полученные результаты.

В нем необходимо также указать все операционные подробности, не определенные в настоящем стандарте, или те, которые считаются необязательными, вместе с деталями любых случайностей, которые могут повлиять на результаты.

Протокол испытания должен включать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

Приложение ДА  
(справочное)**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов  
ссылочным национальным стандартам Российской Федерации  
(и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)**

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта                                                                                              | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта                            |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ИСО 5509—1978                                                                                                                                | IDT                  | ГОСТ Р 51486—99 «Масла растительные и жиры животные. Получение метиловых эфиров жирных кислот» |
| Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:<br>IDT — идентичные стандарты. |                      |                                                                                                |

УДК 662.75:543.869:006.354

ОКС 67.200.10

Б29

ОКСТУ 0209

Ключевые слова: животные, растительные жиры и масла, газовая хроматография, общие требования, метиловые эфиры жирных кислот

---

Редактор Л.И. Нахимова  
Технический редактор В.Н. Прусакова  
Корректор И.А. Королева  
Компьютерная верстка И.А. Налейкиной

Сдано в набор 09.02.2012. Подписано в печать 20.02.2012. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,15. Тираж 171 экз. Зак. 182.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

