

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН  
14111—  
2010

ПРОИЗВОДНЫЕ ЖИРОВ И МАСЕЛ.  
МЕТИЛОВЫЕ ЭФИРЫ ЖИРНЫХ КИСЛОТ  
(FAME)

Определение йодного числа

EN 14111:2003  
Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) —  
Determination of iodine value  
(IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2011

## 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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», 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 Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2010 г. № 1105-ст

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту ЕН 14111:2003 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение йодного числа» (EN 14111:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of iodine value»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных европейских региональных 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, 2011

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 Термины и определения . . . . .	1
4 Сущность метода . . . . .	1
5 Реактивы . . . . .	1
6 Аппаратура . . . . .	2
7 Отбор проб . . . . .	2
8 Подготовка испытуемого образца . . . . .	2
9 Проведение испытания . . . . .	2
10 Расчет йодного числа . . . . .	2
11 Прецизионность . . . . .	3
12 Протокол испытания . . . . .	3
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . . .	4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) . . . . .	5
Библиография . . . . .	6

ПРОИЗВОДНЫЕ ЖИРОВ И МАСЕЛ.  
МЕТИЛОВЫЕ ЭФИРЫ ЖИРНЫХ КИСЛОТ (FAME)

Определение йодного числа

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME). Determination of iodine value

Дата введения — 2012—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения йодного числа в метиловых эфирах жирных кислот (далее — FAME) с использованием тиосульфата натрия.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты\*:

ЕН ИСО 661:1995 Животные и растительные жиры и масла. Приготовление испытуемой пробы (EN ISO 661:1995, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample)

ЕН ИСО 3696 Вода, используемая в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытания (EN ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **йодное число** (iodine value): Масса галогена, выраженного через массу йода, поглощенного испытуемым образцом в соответствии с методом настоящего стандарта, разделенная на массу испытуемого образца.

Йодное число выражают в граммах йода на 100 г FAME.

## 4 Сущность метода

Испытуемый образец растворяют в смешанном растворителе, затем добавляют реагент Wijs. По истечении установленного времени добавляют к образцу йодид калия и воду, и выделенный йод титруют, используя стандартный раствор тиосульфата натрия.

## 5 Реактивы

Следует использовать реактивы только известных аналитических классов и воду класса 3 в соответствии с ЕН ИСО 3696.

5.1 Йодид калия (KI), 100 г/дм<sup>3</sup> водного раствора, свободного от йодатов и йодитов.

5.2 Раствор крахмала

Смешивают 5 мг растворимого крахмала с 30 см<sup>3</sup> сырой воды и добавляют 1000 см<sup>3</sup> кипяченой воды, кипятят в течение 3 мин и охлаждают.

5.3 Тиосульфат натрия (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O), стандартный водный титрованный раствор, концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, готовят не более чем за 7 дней перед использованием.

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

5.4 Растворитель, полученный смешением равных объемов циклогексана и ледяной уксусной кислоты.

5.5 Реактив Wijs, содержащий монохлорид йода в уксусной кислоте.

Соотношение йода к хлору в реактиве Wijs должно быть в пределах  $1,10 \pm 0,1$ .

П р и м е ч а н и е — Допускается использовать товарный реактив Wijs.

## 6 Аппаратура

В настоящем методе используют обычное лабораторное оборудование, в частности:

6.1 Стеклянные предварительно взвешенные лодочки, пригодные для испытуемого образца, помещаемые в колбу (6.2).

6.2 Конические колбы вместимостью  $500 \text{ см}^3$  со шлифованными стеклянными пробками, полностью сухие.

6.3 Аналитические весы с точностью взвешивания  $\pm 0,001 \text{ г}$  или более точные.

## 7 Отбор проб

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в стандарте [1].

Важно, чтобы лаборатория получала действительно представительную безопасную и не изменяющуюся при транспортировании и хранении пробу.

## 8 Подготовка испытуемого образца

Готовят испытуемый образец в соответствии с ЕН ИСО 661. Испытуемый образец не допускается нагревать и/или фильтровать.

## 9 Проведение испытания

### 9.1 Испытуемый образец

Берут от  $0,13$  до  $0,15 \text{ г}$  испытуемого образца, взвешенного с точностью до  $0,001 \text{ г}$ , и помещают в стеклянную предварительно взвешенную лодочку (6.1).

П р и м е ч а н и е — При значении йодного числа менее  $100$  массу испытуемого образца устанавливают в соответствии с разделом 9 стандарта [2].

### 9.2 Определение

9.2.1 Стеклянную взвешенную лодочку, содержащую испытуемый образец, помещают в колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$  (6.2) и растворяют образец, используя  $20 \text{ см}^3$  растворителя (5.4). Добавляют  $25 \text{ см}^3$  реактива Wijs, используя прецизионную пипетку. Вставляют пробку, аккуратно закручивая ее, и убирают колбу в темное место.

Предупреждение — Для реактива Wijs не следует использовать пипетку с раструбом.

9.2.2 Готовят холостой опыт с растворителем и реагентом, как в 9.2.1, но без испытуемого образца.

9.2.3 Оставляют колбу в темном месте на  $1 \text{ ч}$ .

9.2.4 После завершения реакции добавляют  $20 \text{ см}^3$  раствора йодида калия (5.1) и  $150 \text{ см}^3$  воды.

Титруют стандартным раствором тиосульфата натрия (5.3) до желтого цвета в связи с тем, что йод почти исчезает. Добавляют несколько капель раствора крахмала (5.2) и продолжают титрование, сильно встряхивая, до тех пор, пока не исчезнет голубая окраска. Допускается определение конечной точки титрования потенциометрическим методом.

9.2.5 Выполняют параллельно холостое испытание, используя холостой раствор (9.2.2).

## 10 Расчет йодного числа

Йодное число, выраженное в  $\text{г йода на } 100 \text{ г FAME}$ , определяют по следующей формуле

$$\frac{12,69 c (V_1 - V_2)}{m}, \quad (1)$$

где  $c$  — точная концентрация используемого стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия (5.3), используемого для холостого испытания, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия (5.3), используемого для титрования образца, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса испытуемого образца, г.

Результаты следует представить с точностью 1 г йода на 100 г FAME.

## 11 Прецизионность

### 11.1 Межлабораторное испытание

Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Значения, полученные в результате этих испытаний, могут быть не применимы к отличным от приведенных пределам концентрации.

### 11.2 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытания, полученными при использовании одного и того же метода испытания на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в короткий временной промежуток, может превышать значение, равное 3 г йода ( $I_2$ ) на 100 г FAME, только в одном случае из двадцати.

### 11.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными результатами испытания, полученными при использовании одного и того же метода испытания на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, может превышать значение, равное 5 г йода ( $I_2$ ) на 100 г FAME, только в одном случае из двадцати.

## 12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытания со ссылками на настоящий стандарт;
- все детали операции, не описанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как незначительные, вместе с деталями любых случайностей, которые могут повлиять на результаты испытания;
- полученные результаты испытания или, если вычислена повторяемость, то конечный полученный результат.

Приложение А  
(справочное)

**Результаты межлабораторных испытаний**

Европейские объединенные испытания, включающие 11 лабораторий в 5 странах, проводились на 5 образцах:

Образец 1: FAME, полученный из подсолнечного и рапсового масел (75 % подсолнечного масла);

Образец 2: FAME, полученный из рапсового масла;

Образец 3: FAME полученный из подсолнечного и рапсового масел (25 % подсолнечного масла);

Образец 4: FAME полученный из рапсового масла;

Образец 5: FAME полученный из подсолнечного масла.

Испытания были организованы CEN TC 307/WG1 в 2000 г, и полученные результаты были изучены для статистического анализа в соответствии с [3] для получения данных прецизионности, приведенных в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

Образец	1	2	3	4	5
Число участвующих лабораторий	11	11	11	11	11
Число участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	11	11	11	10	11
Среднее значение, г I <sub>2</sub> /100 г	123,9	112,1	116,7	111,8	128,4
Стандартное отклонение повторяемости, г I <sub>2</sub> /100 г	0,7	0,9	0,7	1,0	1,0
Стандартное отклонение воспроизводимости, г I <sub>2</sub> /100 г	2,0	2,6	1,6	1,7	1,8
Предел повторяемости <i>r</i> , г I <sub>2</sub> /100 г	2,2	2,8	2,3	3,1	3,2
Предел воспроизводимости <i>R</i> , г I <sub>2</sub> /100 г	6,3	8,2	4,9	5,3	5,5

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН ИСО 661	—	*
ЕН ИСО 3696	—	*

\* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

### Библиография

- [1] EN ISO 5555, Animal and vegetable fats and oils — Sampling (ISO 5555:2001)\*
- [2] EN ISO 3961, Animal and vegetable fats and oils — Determination of iodine value (ISO 3961:1996)\*
- [3] EN ISO 4259, Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test (ISO 4259:1992/Cor. 1:1993)\*

---

\* Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

---

УДК 661.73:006.354

ОКС 75.080

Б29

ОКСТУ 0209

---

Ключевые слова: производные жиров и масел, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), йодное число

---

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *М.И. Першина*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 30.08.2011. Подписано в печать 16.09.2011. Формат 60x84<sup>1/8</sup>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 146 экз. Зак. 859.

---

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»,  
117418 Москва, Нахимовский проспект, 31, к. 2.