ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14108— 2009

Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НАТРИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

EN 14108:2003
Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of sodium content by atomic absorption spectrometry
(IDT)

Издание официальное

БЗ 2—2009/698

Москва
Стандартинформ
2010

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 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 15 декабря 2009 г. № 927-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 14108:2003 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение содержания натрия методом атомно-абсорбционной спектрометрии» (EN 14108:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of sodium content by atomic absorption spectrometry»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных региональных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении В

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, 2010

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 Сущность метода 1
3 Реактивы 1
4 Аппаратура 2
5 Проведение испытаний 2
6 Обработка результатов 3
7 Прецизионность. 4
8 Протокол испытаний 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 5
Приложение В (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Производные жиров и масел.
Метиловые эфиры жирных кислот (FAME)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НАТРИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME). Determination of sodium content by atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии для количественного определения содержания натрия, равного или более 1 мг/кг.

Настоящий метод применим к метиловым эфирам жирных кислот, предназначенным для добавления к нефтепродуктам (нефтяным топливам или минеральным маслам).

Предупреждение — Применение настоящего стандарта связано с использованием в процессе определения опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Сущность метода

Образец метилового эфира растительного масла разбавляют ксилолом.

Содержание натрия в образце определяют методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии при длине волны 589 нм. Используемые калибровочные растворы готовят из металлорганической соли натрия, растворенной в смеси с ксилолом и исходным маслом. Добавление исходного масла к калибровочным растворам необходимо для улучшения их способности к хранению (растворы с низким содержанием натрия нестабильны) и линейности калибровки.

Предупреждение — Образец метилового эфира должен быть разбавлен не менее чем в 25 раз ксилолом для того, чтобы сравнение результатов измерения раствора образца со стандартными образцами было правомочным.

Примечание — Ксилол может быть заменен циклогексаном или петролейным эфиром в тех лабораториях, в которых не разрешено использовать ароматические растворители.

3 Реактивы

Следует использовать реактивы только признанного аналитического класса, за исключением специально оговоренных.

3.1 Рекомендации для мытья посуды

Посуда, используемая для приготовления растворов, должна быть промыта не менее двух раз раствором соляной кислоты концентрацией приблизительно 5 моль/дм^3, а затем дистиллированной водой и высушена для того, чтобы избежать загрязнения натрием.

Издание официальное

3.2 Ксилол (смесь изомеров).

Предупреждение — Ксилол способен к воспламенению и вреден для здоровья.

3.3 Исходное масло 75 (вязкость 75 мм²/с)[1].

3.4 Раствор исходного масла в ксилоле 200 г/дм³.

40 г исходного масла (3.3) разбавляют ксилолом в мерной колбе вместимостью 200 см³. Хранят этот раствор в полипропиленовой бутылке.

3.5 Натрий, раствор в масле 5000 мг/кг[1].

Готовый к использованию раствор металлорганической соли натрия в исходном масле, имеющий сертифицированный (установленный) титр.

3.6 Натрий, растворы промежуточных разбавлений для приготовления ряда калибровочных растворов.

3.6.1 Натрий, раствор в ксилоле 500 мг/дм³.

Приблизительно 2,5 г раствора натрия (3.5) взвешивают с точностью до 0,001 г в мерной колбе вместимостью 25 см³ и разбавляют до метки ксилолом.

Этот раствор можно хранить в течение месяца.

3.6.2 Натрий, раствор в ксилоле 5 мг/дм³.

Пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 0,50 см³ стандартного раствора натрия (3.6.1) и разбавляют ксилолом до метки.

Готовят свежий раствор каждый день.

Примечание — Растворы промежуточных разбавлений могут быть приготовлены в стеклянных колбах (при таких концентрациях загрязнение натрия является незначительным).

4 Аппаратура

4.1 Атомно-абсорбционный спектрометр.

Может быть использован любой атомно-абсорбционный спектрометр при условии, что он оснащен:

4.1.1 полой катодной лампой для определения натрия;

4.1.2 системой распыления для работы с органическими растворами, материалы которой являются стойкими к действию растворителя;

4.1.3 головкой горелки, позволяющей использовать ее в контакте с органическими растворами и воздушно-ацетиленовым пламенем.

4.2 Весы с точностью взвешивания до 1 мг.

4.3 Посуда химическая

4.3.1 Мерные колбы вместимостью 25 и 50 см³.

4.3.2 Прецизионная пипетка, отградуированная с точностью 0,5 см³.

4.4 Посуда из полипропилена

4.4.1 Мерные колбы вместимостью 50 и 200 см³.

4.4.2 Пипетка вместимостью 10 см³.

4.4.3 Бутыли вместимостью 250 см³.

4.4.4 Автоматическая пипетка с регулируемым объемом от 1 до 5 см³, снабженная наконечниками для впрыска и съемными полипропиленовыми наконечниками.

5 Проведение испытаний

Предупреждение — Для того, чтобы избежать загрязнения растворов натрия, рекомендуется готовить все испытуемые растворы в полипропиленовых колбах и проводить все операции по отбору проб с использованием полипропиленовых пипеток с полипропиленовыми наконечниками или полипропиленовых пипеток со съемными полипропиленовыми наконечниками для распыления. Однако допускается использовать стеклянную посуду, принимая во внимание предосторожности при ее мытье, чтобы избежать загрязнения анализируемыми элементами.

---

[1] Продукты можно приобрести на фирме CONOSTAN Standard, поставки осуществляет Conostan Division, Continental Oil Co, Ponca City, OK 74601 — USA;

на фирме SPEX Standard, поставки осуществляет SPEX Industries, Inc. Chemical Sales Department, 3880 Park Avenue, Edison, NJ 08820 — USA.

5.1 Отбор проб

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

5.2 Приготовление образца

5.2.1 Приблизительно 2 г образца метилового эфира взвешивают в мерной колбе вместимостью 50 см³ с точностью 0,001 г и разбавляют ксилолом до метки.

5.2.2 Берут две порции испытуемого образца.

5.3 Приготовление серии калибровочных растворов

5.3.1 Готовят калибровочные растворы со следующим содержанием натрия: 0,1; 0,2; 0,3 мг/дм³.

5.3.2 Используя автоматическую пипетку с регулируемым объемом, переносят 1,00; 2,00 и 3,00 см³ раствора натрия концентрацией 5 мг/дм³ (3.6.2) в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая.

5.3.3 Используя полипропиленовую пипетку, добавляют в каждую колбу 10 см³ раствора исходного масла в ксилоле (3.4) концентрацией 200 г/дм³ и доводят до метки ксилолом.

5.3.4 Готовят холостой раствор (или раствор нулевого номера) тем же способом без добавления натрийсодержащего раствора.

5.3.5 Из-за нестабильности калибровочных растворов их готовят непосредственно перед измерением.

5.4 Спектрометрические измерения

5.4.1 Подготовка спектрометра

Устанавливают длину волны 589,0 нм с полосой пропускания 0,5 нм.

Вводят 0,3 мг/дм³ калибровочного раствора для оптимизации различных настроек прибора.

Ищут максимум отклика сигнала, регулируя:

- воздушно-ацетиленовую газообразную смесь;
- скорость введения раствора;
- положение горелки.

Вводят ксилол, помещенный в полипропиленовую бутылку, для установки прибора на нулевое поглощение.

5.4.2 Калибровка

Вводят холостой раствор (или раствор нулевого номера) и калибровочные растворы и проводят три измерения для каждого из них.

Рассчитывают для каждого раствора среднеарифметическое значение трех измерений.

Строят калибровочную кривую по полученным средним значениям.

Следует отметить, что значение оптической плотности, полученное для концентрации раствора 0,3 мг/дм³, приблизительно равно 0,290 и кривая является почти прямой линией в рассматриваемых пределах.

5.4.3 Образцы

Вводят растворы образцов и проводят измерения таким же образом, как для калибровочных растворов.

Примечание — В том случае, когда измерения образца превышают диапазон по содержанию определяемого элемента для серии калибровочных растворов, приведенных в 5.3, готовят стандартные растворы с более высоким содержанием натрия, причем максимальное содержание составляет 1 мг/дм³.

6 Обработка результатов

Определяют содержание натрия c_1 и c_2, мг/дм³, двух испытуемых порций образца по калибровочной кривой.

Рассчитывают содержание натрия C_1 и C_2 в образце, мг/кг, по формуле

$$C = c \cdot \frac{V}{m}, \qquad (1)$$

где c — содержание натрия в двух испытуемых порциях образца, определяемое по калибровочной кривой (c_1, c_2);

V — объем раствора образца, см³;

m — масса испытуемой порции образца, г.

Рассчитывают среднее содержание C натрия в образце на основе C_1 и C_2.

Выражают результат в миллиграммах на килограмм и округляют до 0,1 мг/кг.

7 Прецизионность

Во время межлабораторных испытаний, проведенных в 2000 г. с участием 13 лабораторий, в каждой из которых было проведено два определения каждого образца, были получены статистические результаты, приведенные в приложении А.

7.1 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя 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, не должно превышать указанные ниже значения более чем в одном случае из двадцати

$$r = 0{,}086X + 0{,}242, \qquad (2)$$

где X — среднее значение двух результатов.

7.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми 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, не должно превышать указанные ниже значения более чем в одном случае из двадцати

$$R = 0{,}263X + 1{,}355, \qquad (3)$$

где X — среднее значение двух результатов.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытаний 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 испытаний;
- полученные результаты испытаний или, если проверена повторяемость, окончательный результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Европейские объединенные испытания, включающие 13 лабораторий в 6 странах, проводились на 5 образцах:

Образец 1: FAME, полученный из рапсового масла;

Образец 2: FAME, полученный из подсолнечного масла;

Образец 3: FAME, полученный из смеси рапсового и подсолнечного масел (80 % — рапсовое масло, 20 % — подсолнечное масло);

Образец 4: FAME, полученный из смеси рапсового и подсолнечного масел (60 % — рапсовое масло, 40 % — подсолнечное масло);

Образец 5: FAME, полученный из рапсового масла.

Полученные результаты были изучены для статистического анализа в соответствии со стандартом [2] для получения данных прецизионности, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1 — Данные прецизионности метода

Образец	1	2	3	4	5
Число участвующих лабораторий	13	13	13	13	13
Число участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов	13	12	13	12	12
Среднее значение, мг/кг	4,96	1,14	3,14	1,00	3,01
Стандартное отклонение повторяемости, мг/кг	0,23	0,10	0,21	0,13	0,11
Стандартное отклонение воспроизводимости, мг/кг	0,88	0,53	0,69	0,54	0,69
Предел повторяемости *r*, мг/кг	0,70	0,32	0,64	0,39	0,32
Предел воспроизводимости *R*, мг/кг	2,70	1,64	2,10	1,67	2,13

Приложение В
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам

Таблица В.1

Обозначение ссылочного регионального стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН ИСО 5555	*
ЕН ИСО 4259	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного регионального стандарта. Перевод данного регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

Библиография

[1] ЕН ИСО 5555 Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб (ISO 5555:2001)
(EN ISO 5555) (Animal and vegetable fats and oils — Sampling)
[2] ЕН ИСО 4259 Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности методов испытания (ISO 4259:1992/Cor 1:1993)
(EN ISO 4259) (Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test)

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 67.200.10 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: производные жиров и масел, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), натрий, атомно-абсорбционная спектрометрия

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 05.03.2010. Подписано в печать 24.03.2010. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 141 экз. Зак. 210.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6