ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14107— 2009

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА МЕТОДОМ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ (ICP)

EN 14107:2003

Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of phosphorus content by inductively coupled plasma (ICP) emission spectrometry (IDT)

Издание официальное

БЗ 2—2009/679

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

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. № 890-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 14107:2003 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение содержания фосфора эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (ICP)» (EN 14107:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of phosphorus content by inductively coupled plasma (ICP) emission 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 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 2
6 Аппаратура 2
7 Отбор проб 2
8 Подготовка испытуемого образца 3
9 Проведение испытания 3
10 Обработка результатов 4
11 Прецизионность и отклонение (смещение) 4
12 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 ФОСФОРА МЕТОДОМ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ (ICP)

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME). Determination of phosphorus content by inductively coupled plasma (ICP) emission spectrometry

Дата введения — 2010—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP) определения содержания фосфора от 4 до 20 мг/кг в метиловых эфирах жирных кислот (FAME).

1.2 Целью настоящего стандарта является оценка качества FAME путем определения содержания фосфорсодержащих побочных продуктов переэтерификации, присутствие которых может влиять на поведение топлив.

Предупреждение — Применение настоящего стандарта связано с использованием в процессе испытания опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности. Пользователь стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и охраны труда, а также определение пригодности нормативных ограничений до применения настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на региональные стандарты, указанные в разделе «Библиография».

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание фосфора** (phosphorus content): Остаточный фосфор, остающийся в FAME после реакции переэтерификации растительного масла, содержащего фосфолипиды.

4 Сущность метода

4.1 Взвешенный испытуемый образец разбавляют ксилолом. Стандартные образцы готовят из фосфорорганического соединения, растворенного в минеральном масле и разбавленного в смеси ксилола и исходного масла. Добавление исходного масла позволяет уменьшить различия в вязкости между испытуемыми и стандартными образцами и улучшает их хранение.

4.2 Растворы вводят в индуктивно связанную аргоновую плазму в аэрозольной форме. Содержание фосфора определяют путем сравнения эмиссии элемента в растворе испытуемого образца с эмиссией стандартного образца при такой же длине волны.

Примечание — Обычно используют длины волн 213,6 и 178,3 нм.

Издание официальное

Образец должен быть разбавлен ксилолом не менее чем в десять раз для того, чтобы обеспечить надлежащее введение аэрозоля в плазму.

Примечание — Ксилол может быть заменен другими подходящими растворителями в случае нестабильности плазмы или использования особых мер безопасности лаборатории.

5 Реактивы

Следует использовать реактивы только известных аналитических марок, за исключением специально оговоренных.

5.1 Рекомендации для мытья посуды

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

5.2 Ксилол — смесь изомеров (**Предупреждение** — Воспламеняем и опасен для здоровья).

5.3 Исходное масло 75[1)] (вязкость 75 мм^2/с).

5.4 Стабилизатор[1)] для стабилизации исходного раствора (использование необязательно).

5.5 Стандартный раствор фосфорорганического соединения[1)] концентрацией 1000 мг/кг.

Примечание — Могут быть использованы другие подходящие товарные стандартные растворы.

5.6 Раствор фосфорорганического соединения промежуточного разбавления для приготовления серии калибровочных растворов — 100 мг/дм^3 раствора фосфорорганического соединения, содержащего 0,6 % стабилизатора (5.4): взвешивают приблизительно 5 г раствора фосфорсодержащего соединения (5.5) с точностью 0,0001 г в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют приблизительно 0,3 г стабилизатора (5.4), доводят до метки ксилолом и гомогенизируют раствор. Точный титр полученного раствора рассчитывают и используют последовательно для стандартных растворов. Раствор можно хранить в течение одного месяца при использовании стабилизатора (5.4).

Если стабилизатор не используют, то раствор фосфорсодержащего промежуточного разбавления нельзя хранить.

Примечание — Мерные колбы могут быть заменены на одноразовые неоткалиброванные колбы. В этом случае проводят разбавление образцов и выражают в масс./масс. вместо масс./об.

6 Аппаратура

6.1 Эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой, оснащенный следующими элементами.

6.1.1 Кварцевая лампа.

6.1.2 Распылитель (приспособление, которое превращает раствор в аэрозоль).

6.1.3 Поршневый насос. Скорость нагнетания должна быть от 0,5 до 3 см^3/мин включительно. Рекомендуется использовать Витон®[2)] — трубки скоростного потока, из-за стойкости к действию ксилола.

6.2 Весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

6.3 Стеклянная посуда: мерные колбы вместимостью 25 и 50 см^3.

6.4 Градуированные пипетки вместимостью 1 или 5 см^3 или автоматические пипетки переменного объема с одноразовыми полипропиленовыми наконечниками.

7 Отбор проб

Важно, что лаборатория получает действительно представительную пробу, которая не является опасной и не изменяется во время транспортирования или хранения.

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

[1)] Возможные поставщики: Conostan Division, Continental Oil Co, Ponca City, OK 74601 — USA. SPEX Industries, Inc. Chemical Sales Department, 3880 Park Avenue, Edison, NJ 08820 — USA. Эквивалентные продукты могут быть использованы, если подтверждено, что их использование приводит к тем же результатам.

[2)] Витон® — товарное наименование трубок скоростного потока. Эквивалентная продукция может быть использована, если использование приводит к тем же самым результатам.

8 Подготовка испытуемого образца

Готовят испытуемый образец в соответствии с [2]. Испытуемый образец не следует подвергать нагреванию или фильтрации.

9 Проведение испытания

9.1 Приготовление образца

Для того, чтобы избежать загрязнения растворов фосфором, все операции по отбору проб проводят с использованием полипропиленовых пипеток или автоматических пипеток, имеющих одноразовые наконечники.

Приблизительно 2,5 г образца взвешивают с точностью 0,001 г в мерной колбе вместимостью 25 $см^3$, разбавляют до метки ксилолом и встряхивают вручную для гомогенизации.

Испытывают две пробы, взятые от одного и того же образца, приготовленного по 9.1.

Примечание — Мерные колбы могут быть заменены на одноразовые неоткалиброванные колбы; в этом случае проводят разбавления образцов и выражают в масс./масс. вместо масс./об.

9.2 Приготовление стандартных растворов

Готовят калибровочные растворы следующих концентраций фосфора: 0; 0,5; 1; 2; 4 $мг/дм^3$.

Точные концентрации каждого стандартного раствора должны быть рассчитаны в соответствии с точной концентрацией промежуточного раствора фосфорорганического соединения (5.6).

Примечание — Пример приготовления калибровочных растворов: в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают 10 г исходного масла (6.3). Используя градуированные пипетки, переносят 0; 0,5; 1; 2; 4 $см^3$ раствора фосфорорганического соединения (5.6) концентрацией 100 $мг/дм^3$, доливают до метки ксилолом и гомогенизируют раствор.

(**Предупреждение** — Растворы должны быть свежеприготовленными для каждой серии анализов).

Примечание — Если концентрации разбавленных растворов выражают в процентах по массе (5.6, примечание), калибровочные растворы готовят и выражают в таких же единицах.

9.3 Подготовка приборов

Так как приборы, выпущенные различными производителями, имеют разные конструкции и настройки, то трудно точно определить стадии испытания. Необходимо следовать инструкциям производителя при использовании прибора с органическими растворителями.

Параметры прибора выбирают так, чтобы достичь лучшего соотношения сигнал/фон.

9.4 Измерение

Измерение интенсивности аналитической линии связано с расчетом максимума линии, вычтенной из рассчитанного фона. Если приборы оснащены программным обеспечением, корректировка фона осуществляется автоматически.

9.5 Калибровка

Вводят как холостой, так и калибровочный растворы. Проводят по три измерения каждого из них.

Рассчитывают для каждого раствора среднеарифметическое значение трех измерений.

Строят калибровочную кривую этих измерений, используя линейную регрессию, путем построения графика зависимости интенсивности эмиссии от соответствующих концентраций фосфора ($мг/дм^3$).

Примечание — Если график зависимости интенсивности эмиссии от конконцентраций фосфора не линеен, процедуру следует проверить и при необходимости повторить калибровку, начиная с 9.2.

9.6 Испытуемые образцы

Вводят раствор образца. Проводят измерения таким же образом, как для стандартных растворов.

Примечание — Отклонение должно контролироваться постоянно.

10 Обработка результатов

Определяют в соответствии с калибровочной кривой концентрацию фосфора c (мг/дм^3) двух испытуемых проб одного и того же образца.

Рассчитывают концентрацию фосфора в образце C, мг/кг, по следующей формуле

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

где c — концентрация фосфора в растворе образца, мг/дм^3;

V — объем раствора образца, см^3;

m — масса испытуемой порции образца, г.

Рассчитывают содержание фосфора в образце C из среднеарифметического значения двух полученных измерений. Выражают результат (мг/кг) с точностью до 0,1 мг/кг.

Примечание — Если концентрации растворов выражены в процентах по массе (5.6, примечание и 9.2, примечание), рассчитывают содержание фосфора в образце C по формуле

$$C = c_p\frac{P}{m}, \quad (2)$$

где c_p — концентрация раствора образца, мг/кг;

P — общая масса раствора, г.

11 Прецизионность и отклонение (смещение)

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Значения, полученные в результате этих испытаний, не могут быть применены к иным, отличным от приведенных, пределам концентраций и матрицам.

11.2 Повторяемость

Абсолютное 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 промежуток времени, может превышать 0,6 мг/кг в одном случае из двадцати.

11.3 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, может превышать величину $R = 0{,}19C + 0{,}025$ только в одном случае из двадцати.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- метод отбора проб;
- метод испытания, ссылку на настоящий стандарт;
- все подробности процедуры испытаний, способные повлиять на результаты испытания;
- результаты испытания или конечный результат, если подтверждена повторяемость.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Европейские объединенные испытания, включающие 12 лабораторий в 6 странах, проводились на 5 образцах:

Образец 1: FAME, полученный из подсолнечного масла;

Образец 2: FAME, полученный из рапсового и подсолнечного масел (75 % рапсового масла);

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

Образец 4: FAME, полученный из рапсового масла.

Образец 5: FAME, полученный из рапсового масла.

Испытания были организованы CEN TC 307/WG1 в 1999 г., и полученные результаты были изучены для статистического анализа в соответствии с [3] для получения данных прецизионности, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1 — Содержание фосфора

Образец	1	2	3	4	5
Число участвующих лабораторий	12	12	12	12	12
Число участвующих лабораторий после исключения несоответствующих результатов	11	11	12	11	4
Среднее значение содержания фосфора, мг/кг	7,71	11,50	4,47	19,53	0,39
Повторяемость стандартного отклонения, мг/кг	0,24	0,12	0,17	0,22	0,06
Воспроизводимость стандартного отклонения, мг/кг	0,39	0,81	0,50	0,66	0,24
Предел повторяемости r, мг/кг	0,74	0,38	0,54	0,68	0,22
Предел воспроизводимости R, мг/кг	1,22	2,53	1,54	2,05	0,96

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 661	ГОСТ Р 52062—2003 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб
ЕН ИСО 4259	ГОСТ Р 8.580—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Определение и применение показателей прецизионности методов испытаний нефтепродуктов
ЕН ИСО 5555	*
* 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 (ИСО 5555:2001)

[2] ЕН ИСО 661 Животные и растительные жиры и масла. Приготовление испытуемых образцов (ИСО 661:1989)

[3] ЕН ИСО 4259 Нефтепродукты. Определение и применение характеристик прецизионности относительно методов испытаний (ИСО 4259 / Изменение 1:1993)

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 67.200.10 ОКС 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: производные жиров и масел; сложные метиловые эфиры жирных кислот (FAME); содержание фосфора; эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 10.02.2010. Подписано в печать 17.02.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 121 экз. Зак. 128.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru