ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14078— 2010

НЕФТЕПРОДУКТЫ ЖИДКИЕ

Определение метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в средних дистиллятах методом инфракрасной спектроскопии

EN 14078:2003
Liquid petroleum products — Determination of fatty acid methyl esters (FAME) in middle distillates — Infrared spectroscopy method
(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

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 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. № 1127-ст

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту ЕН 14078:2003 «Нефтепродукты жидкие. Определение метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в средних дистиллятах. Метод инфракрасной спектроскопии» (EN 14078:2003 «Liquid petroleum products — Determination of fatty acid methyl esters (FAME) in middle distillates — Infrared spectroscopy method»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного европейского регионального стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

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, 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 Сущность метода 2
4 Реактивы и материалы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 2
7 Проведение испытания 2
8 Обработка материалов 4
9 Оформление результатов 4
10 Прецизионность 4
11 Протокол испытания 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НЕФТЕПРОДУКТЫ ЖИДКИЕ

Определение метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в средних дистиллятах методом инфракрасной спектроскопии

Liquid petroleum products. Determination of fatty acid methyl esters (FAME) in middle distillates by infrared spectroscopy method

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в дизельном топливе или топливе, предназначенном для отопления жилых помещений (печном топливе), с использованием инфракрасной спектрометрии в средней части спектра в диапазоне концентраций приблизительно от 1,7 % об. до 22,7 % об. Можно определять содержание FAME вне этого диапазона, однако данные по прецизионности результатов, выходящих за установленный диапазон, в настоящее время отсутствуют.

Настоящий метод испытания, как было установлено, распространяется на нефтепродукты, которые содержат FAME, соответствующие ЕН 14214 или ЕН 14213. Достоверные количественные результаты могут быть получены только в том случае, если испытуемые топлива не содержат значительных количеств мешающих компонентов, в первую очередь сложных эфиров, для которых характерны полосы поглощения в спектральной области, используемой для количественного определения FAME. В присутствии мешающих компонентов могут быть получены завышенные результаты испытания.

Примечание 1 — При наличии мешающих компонентов в случаях сомнений или разногласий рекомендуется зарегистрировать полный инфракрасный спектр и сравнить его со спектром образцов, в которых содержание FAME хорошо известно.

Примечание 2 — Исходя из назначения настоящего стандарта, термин «процент по объему (% об.)» используют для обозначения объемной доли материала.

Примечание 3 — Для перевода граммов на литр в проценты по объему используют фиксированную плотность FAME 880,0 кг/м^3.

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих мер по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет возможности применения законодательных ограничений перед его применением.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие европейские региональные стандарты*:

ЕН 14213 Топливо бытовое. Определение метиловых эфиров жирных кислот (FAME). Требования и методы испытания (EN 14213, Heating fuels — Fatty acid methyl esters (FAME) — Requirements and test methods)

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

Издание официальное

ЕН 14214 Топливо для двигателей внутреннего сгорания. Метиловые эфиры жирных кислот для дизелей. Требования и методы испытаний (EN 14214, Automotive fuels — Fatty acid methyl esters (FAME) for diesel engines — Requirements and test methods)

ЕН ИСО 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб (EN ISO 3170, Petroleum liquids — Manual sampling)

ЕН ИСО 3171 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода (EN ISO 3171, Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling)

3 Сущность метода

Регистрируют спектр поглощения в средней инфракрасной области пробы для испытания, которая была разбавлена соответствующим образом циклогексаном. Измеряют оптическую плотность на максимуме типичной полосы поглощения, для сложных эфиров приблизительно при (1745 ± 5) $см^{-1}$. Содержание FAME затем вычисляют с помощью калибровочной функции, полученной из стандартных растворов с известным содержанием FAME.

4 Реактивы и материалы

4.1 FAME для калибровки.

FAME — согласно ЕН 14214 или ЕН 14213.

4.2 Циклогексан с долей основного вещества не менее 99,5 % об.

5 Аппаратура

5.1 Инфракрасный спектрометр дисперсионного или интерферометрического типа, способный работать в диапазоне волновых чисел от 400 до 4000 $см^{-1}$, с линейным поглощением в диапазоне от 0,1 до 1,1 единиц измерения оптической плотности, имеющий минимальное разрешение 4 $см^{-1}$.

5.2 Кювета, изготовленная из KBr или NaCl, или CaF_2, с точно известной длиной оптического пути.

Пример — Раствор с концентрацией FAME 3 г/л (0,34 % об.) должен иметь оптическую плотность приблизительно 0,4 при максимальном пике приблизительно 1745 $см^{-1}$, когда используют кювету с длиной оптического пути 0,5 мм.

6 Отбор проб

Если в спецификации на продукцию не оговорено иначе, пробы следует отбирать в соответствии с ЕН ИСО 3170 или ЕН ИСО 3171.

7 Проведение испытания

7.1 Общие положения

Вследствие вязкости растворов FAME промывание кювет, используемых для измерения, имеет большое значение. Кюветы должны быть тщательно очищены путем неоднократного промывания циклогексаном. Кювета считается чистой, если зарегистрированный инфракрасный спектр данной кюветы, заполненной циклогексаном, точно совпадает со стандартным спектром циклогексана.

7.2 Калибровка

7.2.1 Приготовление калибровочных растворов

Серия не менее чем из пяти калибровочных растворов с точно известными концентрациями FAME (4.1) в циклогексане (4.2) должна быть подготовлена путем помещения навесок FAME в соответствующие градуированные колбы и доведения их до метки циклогексаном. Номинальные концентрации FAME для серии из означенных калибровочных растворов должны выбираться таким образом, чтобы оптическая плотность для максимального пика при 1745 $см^{-1}$ находилась в диапазоне от 0,1 до 1,1 единиц измерения оптической плотности.

Пример — Для кюветы с номинальной длиной оптического пути 0,5 мм (см. также 5.2) калибровочные растворы имеют следующую концентрацию: 1, 2, 4, 6 и 10 г/$дм^3$.

Важно использовать идентичные кюветы для калибровки и измерения.

7.2.2 Спектрометрическое измерение

Данная процедура является одинаковой для калибровочных растворов и для анализируемых проб. Пробу для испытания или калибровочный раствор вводят в кювету, и инфракрасный спектр (ИК-спектр) регистрируют относительно спектра циклогексана (4.2). Затем измеряют оптическую плотность для максимума при 1745 $см^{-1}$, используя базовую линию от 1670 до 1828 $см^{-1}$ (рисунок 1).

Примечание — Особо тщательно следует проводить измерения относительно циклогексана. Инфракрасные полосы поглощения от циклогексана подлежат прямой оптической компенсации (двухлучевые приборы) либо вычисляются путем вычитания (однолучевые приборы).

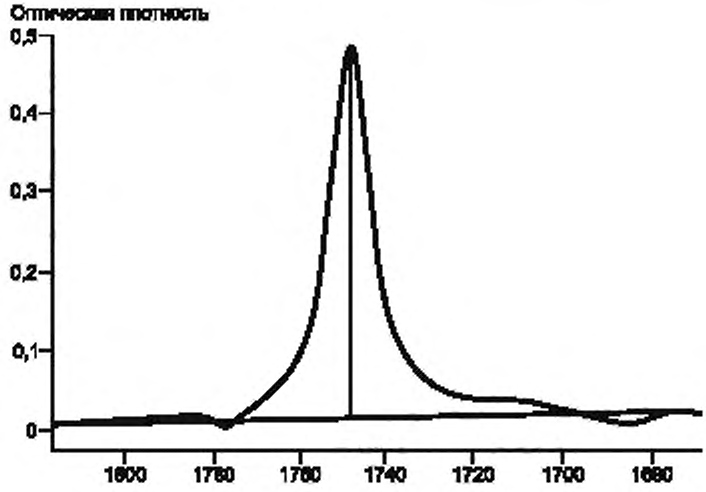

Рисунок 1 — Типичный спектр для FAME в дизельном топливе, разбавленном циклогексаном (длина оптического пути — 0,5 мм, концентрация — 44 г/$дм^3$ после разбавления 1:10 по объему)

7.2.3 Калибровочная функция

По измеренной оптической плотности для установленной серии калибровочных растворов FAME (7.2.1) вычисляют калибровочную функцию методом линейной регрессии или графическим методом, применяя оптическую плотность A в качестве зависимой переменной, а концентрацию FAME q — в качестве независимой. Это позволяет получить калибровочную функцию для вычисления длины оптического пути стандартной кюветы длиной 1 см по формуле

$$A/L = aq + b, \quad (1)$$

где A — измеренная оптическая плотность, единицы оптической плотности;

L — фактическая используемая длина оптического пути кюветы, см;

a — наклон линии регрессии;

q — концентрация FAME, г/$дм^3$;

b — отрезок у линии регрессии.

Примечание — Процедура калибровки должна повторяться, если коэффициент корреляции R^2 для линии регрессии менее 0,99.

7.3 Количественный анализ

7.3.1 Приготовление проб

Пробы, содержащие FAME в бензине, анализируют после соответствующего разбавления циклогексаном. Если оптическая плотность, измеренная в данном испытуемом растворе, не попадает в диапазон оптической плотности калибровки, то должна быть подготовлена новая проба с более подходящим разбавлением.

Для содержания FAME менее 100 г/$дм^3$ (11,4 % об.) должно использоваться отношение разбавления не менее 1:10 по объему. Для содержания FAME от 100 г/$дм^3$ (11,4 % об.) и до 200 г/ $дм^3$ (22,7 % об.) используют отношение разбавления не менее чем 1:20 по объему.

Примечание 1 — Для содержания FAME свыше 200 г/дм^3 (22,7 % об.) должны использоваться адекватные отношения разбавления для того, чтобы привести параметры поглощения в заданный диапазон оптической плотности калибровки.

Примечание 2 — Данные отношения разбавления основаны на номинальной длине оптического пути кюветы 0,5 см.

7.3.2 Спектрометрическое измерение

Спектрометрическое измерение проводят на испытуемом растворе в соответствии с 7.2.2. Важно, чтобы одни и те же кюветы были использованы как для измерения, так и для калибровки.

Поскольку чистота кювет имеет большое значение, рекомендуется регистрировать инфракрасный спектр кюветы, наполненной циклогексаном, до измерения каждой пробы, чтобы контролировать чистоту кюветы (см. также 7.1).

8 Обработка материалов

8.1 Вычисляют содержание FAME Q в образце по формуле

$$Q = \left(\frac{X}{a} \cdot \frac{A}{L} - b\right) \cdot \frac{100}{d}, \qquad (2)$$

где Q — содержание FAME, % об.;

X — коэффициент разбавления (например, $X = 10$ для разбавления 1:10);

a — наклон линии регрессии;

A — оптическая плотность по 7.3.2;

L — длина оптического пути кюветы, см;

b — отрезок у линии регрессии;

d — плотность FAME (d = 880,0 кг/см^3) при температуре 20°С, кг/м^3.

9 Оформление результатов

Записывают содержание FAME в образце Q в процентах по объему с точностью до 0,1.

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях на идентичном материале при нормальном и правильном применении метода испытаний, может превышать 0,3 % об. (по модулю) только в одном случае из двадцати.

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном применении метода испытаний для концентраций, равных или менее чем 11,4 % об., может превышать 0,9 % об. (по модулю) только в одном случае из двадцати. Для концентраций выше 11,4 % об. и ниже 22,7 % об. она может превышать 1,4 % об. (по модулю) только в одном случае из двадцати.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать как минимум следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;

c) результаты испытания (раздел 9);

d) любое отклонение, полученное по согласованию или иным образом, от установленной методики;

e) дату проведения испытания.

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 европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН 14213	—	*
ЕН 14214:2003	MOD	ГОСТ Р 53605—2009 «Топливо для двигателей внутреннего сгорания. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME) для дизельных двигателей. Общие технические требования»
ЕН ИСО 3170	NEQ	ГОСТ 2517—85 «Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб»
ЕН ИСО 3171	NEQ	ГОСТ 2517—85 «Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб»

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

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.080 75.160.20 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: дизельное топливо, печное бытовое топливо, метиловые эфиры жирных кислот, FAME, инфракрасная спектроскопия

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

Сдано в набор 01.03.2012. Подписано в печать 29.03.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 131 экз. Зак. 269.

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.