ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14331— 2010

НЕФТЕПРОДУКТЫ ЖИДКИЕ

Идентификация метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в средних дистиллятных топливах методом жидкостной и газовой хроматографии

EN 14331:2004
Liquid petroleum products — Separation and characterization of fatty acid methyl esters (FAME) from middle distillates — Liquid chromatography (LC)/gas chromatography (GC) 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. № 1112-ст

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту ЕН 14331:2004 «Нефтепродукты жидкие. Выделение и характеристика метиловых эфиров жирных кислот (FAME) из средних дистиллятов. Метод жидкостной хроматографии (LC) и газовой хроматографии (GC)» (EN 14331:2004 «Liquid petroleum products — Separation and characterisation of fatty acid methyl esters (FAME) from middle distillates — Liquid chromatography (LC)/gas chromatography (GC) 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 1
4 Реактивы и материалы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 2
7 Проведение испытания 2
8 Определение состава смеси метиловых эфиров 2
9 Обработка результатов 3
10 Прецизионность 3
11 Интерпретация результатов 3
12 Протокол испытания 3
Приложение А (обязательное) Краткое описание условий проведения анализа метиловых эфиров жирных кислот методом газовой хроматографии 4
Приложение В (справочное) Пример хроматограммы FAME 5
Приложение С (справочное) Данные по типичному составу жирных кислот в растительных маслах 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских региональных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НЕФТЕПРОДУКТЫ ЖИДКИЕ

Идентификация метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в средних дистиллятных топливах методом жидкостной и газовой хроматографии

Liquid petroleum products. Separation and characterization of fatty acid methyl esters (FAME) from middle distillates by method of liquid chromatography and gas chromatography

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод выделения метиловых эфиров жирных кислот (FAME) методом жидкостной хроматографии (LC) из средних дистиллятов с последующим количественным определением в них индивидуальных метиловых эфиров методом газовой хроматографии (GC).

Настоящий метод применим к FAME растительного и животного происхождения, которые включают эфиры от C_{14} до C_{24}. Указанные FAME главным образом представлены эфирами жирных кислот C_{16} — C_{18}. Настоящий метод применим к средним дистиллятам любого происхождения.

Настоящий метод предназначен для выделения и характеристики FAME, присутствующих в средних дистиллятах в количестве до 5 % об.

Примечание — Применительно к настоящему стандарту термины «процент по массе» (% масс.) и «процент по объему» (% об.) используют для обозначения массовой и объемной доли соответственно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие европейские региональные стандарты[1)]:

ЕН ИСО 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб (EN ISO 3171, Petroleum liquids — Manual sampling)

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

ЕН ИСО 5508 Жиры и масла растительные и животные. Анализ метиловых эфиров жирных кислот методом газовой хроматографии (EN ISO 5508, Animal and vegetable fats and oils — Analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids)

3 Сущность метода

Метод включает два этапа:

- выделение фракции FAME из среднего дистиллята методом жидкостной адсорбционной хроматографии при атмосферном давлении на микроколонке с диоксидом кремния;
- идентификацию выделенной фракции FAME методом газовой хроматографии.

[1)] Для датированных ссылок используют указанное издание стандарта. В случае недатированных ссылок — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

Издание официальное

4 Реактивы и материалы

4.1 Гексан, ч. д. а., используемый при условиях жидкостной хроматографии высокого давления (HPLC).

4.2 Диэтиловый эфир, ч. д. а., используемый при условиях жидкостной хроматографии высокого давления (HPLC).

5 Аппаратура

5.1 Общие положения

Применяют обычное оборудование для газовой и жидкостной хроматографии.

5.2 Микроколонка высотой приблизительно 25 мм и диаметром 10 мм, содержащая приблизительно 700 мг диоксида кремния с размером частиц от 55 до 105 мкм.

5.3 Испытательная трубка объемом 20 $см^3$.

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 Разделение на колонке с диоксидом кремния

В верхнюю часть микроколонки с диоксидом кремния (5.2) добавляют 0,100 $см^3$ образца и в течение 2 мин дают ему впитаться в адсорбент.

Элюируют фракцию среднего дистиллята, используя 10 $см^3$ гексана (4.1). Скорость элюирования должна быть небольшой (по капле) и составлять около 3 $см^3$/мин. Эту фракцию не учитывают.

Затем в пробирку для испытания (5.2) элюируют фракцию FAME, используя 10 $см^3$ диэтилового эфира (4.2).

Примечание — Если содержание FAME в среднем дистилляте более 5 % об., рекомендуется разбавить образец топливом, не содержащим FAME, чтобы получить содержание менее 5 % об.

7.2 Газохроматографический анализ

В ЕН ИСО 5508 или приложении А настоящего стандарта приведены условия проведения анализа.

Примечание — В приложении В приведен пример хроматограммы образца метиловых эфиров жирных кислот, выделенных из рапсового масла.

Такие условия хроматографии, как объем вводимого образца и/или отношение деления потока, необходимо отрегулировать для обнаружения следовых компонентов, например мелких пиков $C_{24:0}$ и $C_{24.1}$ эфиров жирных кислот.

Хроматограмму, полученную на образце с известным составом FAME в условиях, идентичных тем, которые используют при анализе неизвестного образца, можно использовать для установления времени удерживания для идентификации пиков.

8 Определение состава смеси метиловых эфиров

Количество компонента X, выраженное как массовая доля фракции FAME, рассчитывают по площади соответствующего пика, деленной на площадь всех пиков, по формуле

$$X = 100 \frac{A_i}{\Sigma A}, \quad (1)$$

где A_i — площадь пика, соответствующего i-му компоненту;

ΣA — сумма площадей всех пиков, выделенных между эфирами C_{14} и C_{24}.

9 Обработка результатов

Записывают количество каждого компонента фракции FAME в процентах по массе с точностью до 0,1 % масс.

10 Прецизионность

Примечание — Прецизионность настоящего метода получена путем статистического анализа данных межлабораторного испытания образцов рапсового масла, содержащих FAME.

10.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между двумя результатами, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при длительной работе и нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при длительной работе и нормальном и правильном выполнении метода может превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

Таблица 1 — Данные прецизионности

В процентах по массе

Метиловый эфир	Повторяемость	Воспроизводимость
Пальмитиновой кислоты ($C_{16:0}$)	0,5	0,8
Олеиновой кислоты ($C_{18:1}$)	0,6	2,8
Линоленовой кислоты ($C_{18:3}$)	0,4	1,8

11 Интерпретация результатов

В таблице С.1 (приложение С) содержатся данные по диапазону составов метиловых эфиров жирных кислот, обнаруженных на типичных образцах масел, экстрагированных из семян рапса, пальмы и подсолнечника.

Заметное расхождение состава образца со значениями, приведенными в приложении С, может указывать на присутствие эфиров, полученных из источников, отличных от заданных, или смесей FAME.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать 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 каким иным образом, от установленной методики;

e) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Краткое описание условий проведения анализа метиловых эфиров жирных кислот методом газовой хроматографии

А.1 Колонка капиллярного типа, заполненная полиэтиленгликолем в качестве стационарной фазы: Carbowax 20M, DBwax или CPwax:

длина: 30 м;

внутренний диаметр: 0,32 мм;

толщина тонкого слоя: 0,25 мкм.

А.2 Приспособление для ввода пробы, инжектор с переменным разделением потока, тип с программируемой скоростью потока:

скорость потока: 20—100 $см^3$/мин, в соответствии с типом;

температура: 250 °С.

А.3 Газ-носитель, водород или гелий, давление: 30—80 кПа.

А.4 Изотермическая печь, температура. 200 °С.

А.5 Детектор пламенно-ионизационного типа, температура: 250 °С.

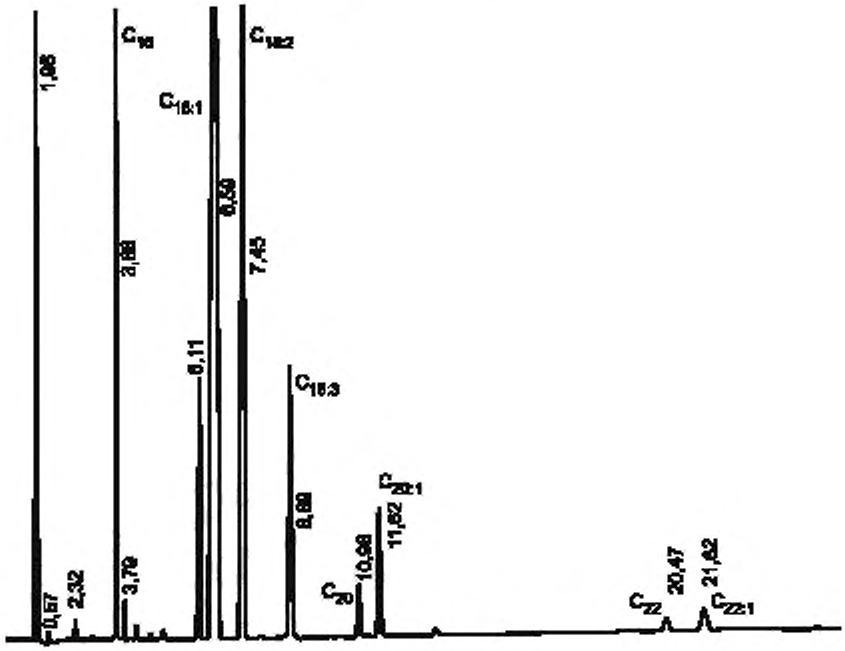
А.6 Ввод пробы, объем и отношение деления потока должны регулироваться одновременно с вводимым объемом.

Приложение В
(справочное)

Пример хроматограммы FAME

На рисунке В.1 в качестве примера представлена хроматограмма образца метиловых эфиров жирных кислот, выделенных из рапсового масла.

Для других примеров, которые включают, например, пики $C_{24:0}$ и $C_{24:1}$ или эфиры линолевой кислоты (3 пика), рекомендуется применять стандарт [1].



Примечание — Обозначения эфиров жирных кислот:
$C_{16:0}$ — пальмитиновая кислота;
$C_{16:1}$ — пальмитолеиновая кислота;
$C_{18:0}$ — стеариновая кислота;
$C_{18:1}$ — олеиновая кислота;
$C_{18:2}$ — линолевая кислота,
$C_{18:3}$ — линоленовая кислота;
$C_{20:0}$ — арахиновая кислота;
$C_{20:1}$ — гадолеиновая кислота;
$C_{22:0}$ — бегеновая кислота;
$C_{22:1}$ — эруковая кислота;
$C_{24:0}$ — лигноцериновая кислота,
$C_{24:1}$ — нервоновая кислота

Рисунок В.1 — Хроматограмма образца FAME, выделенных из рапсового масла

Приложение С
(справочное)

Данные по типичному составу жирных кислот в растительных маслах

Таблица С.1 — Данные по составу жирных кислот в процентах по массе, взятые из Кодекса Алиментариус [2]

Жирная кислота		Тип масла		
Наименование	Обозначение	Пальмовое	Рапсовое*	Подсолнечное
Пальмитиновая кислота	$C_{16:0}$	39,3—47,5	2,5—7,0	5,0—7,6
Пальмитолеиновая кислота	$C_{16:1}$	≤ 0,05—0,6	≤ 0,05—0,6	≤ 0,05—0,3
Стеариновая кислота	$C_{18:0}$	3,5—6,0	0,8—3,0	2,7—6,5
Олеиновая кислота	$C_{18:1}$	36,0—44,0	51,0—70,0	14,0—39,4
Линолевая кислота	$C_{18:2}$	9,0—12,0	15,0—30,0	48,3—74,0
Линоленовая кислота	$C_{18:3}$	≤ 0,05—0,5	5,0—14,0	≤ 0,05—0,3
Арахиновая кислота	$C_{20:0}$	≤ 0,05—1,0	0,2—1,2	0,1—0,5
Гадолеиновая кислота	$C_{20:1}$	≤ 0,05—0,4	0,1—4,3	≤ 0,05—0,3
Бегеновая кислота	$C_{22:0}$	≤ 0,05—0,2	≤ 0,05—0,6	0,3—1,5
Эруковая кислота	$C_{22:1}$	≤ 0,05	≤ 0,05—2,0	≤ 0,05—0,3
Лигноцериновая кислота	$C_{24:0}$	≤ 0,05	≤ 0,05—0,3	≤ 0,05—0,6

* Низкое содержание эруковой кислоты.

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 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»
ЕН ИСО 5508	—	*

* 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 использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

NEQ — неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] EN 14103:2003, Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents (ЕН ИСО 14103:2003 Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение содержания эфиров и метилового эфира линоленовой кислоты)*

[2] CODEX STAN 210, 1999 — Revision 1 (2001), Named vegetable oils, volumes, codex alimentarius, joint FAO/WHO Food Standards Programme. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Italy (http://www.codexalimentarius.net)

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ЕН 14103—2008.

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.080 75.160.20 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: жидкие нефтепродукты, средние дистилляты, анализ, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), жидкостная хроматография (LC), газовая хроматография (GC)

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

Сдано в набор 12.03.2012. Подписано в печать 28.03.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 131 экз. Зак. 264.

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