ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 14078— 2016

Нефтепродукты жидкие

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕТИЛОВЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ (FAME) В СРЕДНИХ ДИСТИЛЛЯТАХ МЕТОДОМ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

(EN 14078:2014, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 12508
28 июля 2016 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии» (РГП «КазИнМетр») и Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 27 июля 2016 г. №89-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 14078:2014 Liquid petroleum products – Determination of fatty acid methyl esters (FAME) in middle distillates – Infrared spectrometry method (Нефтепродукты жидкие. Определение содержания метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в средних дистиллятах. Метод инфракрасной спектрометрии)

Европейский стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 19 «Газовые и жидкие топлива, смазочные материалы и относящиеся к ним нефтепродукты синтетического и биологического происхождения» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского стандарта с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ГОСТ 1.5–2001.

Официальный экземпляр европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальном органе по стандартизации вышеуказанных государств.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на стандарты актуализированы.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 3
7 Проведение испытаний 3
8 Обработка результатов 6
9 Выражение результатов 6
10 Прецизионность метода 7
11 Протокол испытания 7
Приложение А (справочное) Дополнительные указания к процедурам калибровки и разбавления 8
Приложение А (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским стандартам 11
Библиография 12

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Нефтепродукты жидкие ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕТИЛОВЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ (FAME) В СРЕДНИХ ДИСТИЛЛЯТАХ МЕТОДОМ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

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

Дата введения–

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания метиловых эфиров жирных кислот (далее – FAME) в дизельном и печном бытовом топливе посредством инфракрасной спектрометрии в средней области спектра. Метод, установленный в настоящем стандарте, применяется для определения содержания FAME в следующих трех диапазонах значений:

– в диапазоне A – для определения содержания FAME в пределах значений приблизительно от 0,05 % (*V/V*) до 3 % (*V/V*);

– в диапазоне B – для определения содержания FAME в пределах значений приблизительно от 3 % (*V/V*) до 20 % (*V/V*);

– в диапазоне C – для определения содержания FAME в пределах значений приблизительно от 20 % (*V/V*) до 50 % (*V/V*).

При разбавлении проб данный метод может также применяться для определения более высоких значений содержания FAME, однако показатели прецизионности результатов испытаний, не входящих в приведенные выше диапазоны, в настоящее время отсутствуют.

Применимость настоящего метода испытания подтверждена для проб, содержащих FAME, отвечающие требованиям EN 14214:2008 + A1:2009. Достоверные результаты испытания могут быть получены только в том случае, если пробы не содержат значительных количеств мешающих компонентов, главным образом эфиров и других карбонильных соединений, имеющих полосы поглощения в спектральном диапазоне, используемом для количественного определения FAME. Если такие мешающие компоненты присутствуют, то результаты испытания по методу настоящего стандарта будут завышены.

Примечание 1 – В настоящем стандарте единицу измерения «% (*V/V*)» применяют для обозначения объемной доли продукта.

Примечание 2 – Для перевода значений, выраженных в граммах на литр (г/л), в значения, выраженные в % (*V/V*), используют установленное фиксированное значение плотности FAME, равное 883,0 кг/м^3.

Предупреждение – При применении настоящего стандарта могут использоваться опасные вещества, операции и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за выявление и установление мер по обеспечению техники безопасности и охраны здоровья, а также определение ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

Издание официальное

EN 14214:2012+A1:2014 Liquid petroleum products – Fatty acid methyl esters (FAME) for use in diesel engines and heating applications – Requirements and test methods (Нефтепродукты жидкие. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME) для дизельных двигателей и отопительных установок. Технические требования и методы испытаний)

EN ISO 3170:2004 Petroleum liquids – Manual sampling (Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб)

EN ISO 3171:1999 Petroleum liquids – Automatic pipeline sampling (Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов)

3 Сущность метода

Записывают спектр поглощения в средней инфракрасной области для испытуемой части пробы, разбавленной при необходимости растворителем, не содержащим FAME. Измеряют поглощение в максимуме пика типичной полосы поглощения для эфиров при волновом числе (1745 ± 5) $см^{-1}$. Калибровку и обработку результатов выполняют, используя изначально значения, выраженные в граммах FAME на литр. При записи результатов в протокол испытания используют значения, выраженные в % (V/V). Для перевода значений, выраженных в граммах FAME на литр (г/л), в значения, выраженные в % (V/V), принято использовать фиксированное значение плотности FAME, равное 883,0 $кг/м^3$ (15 °С).

Определены три диапазона измерения (A, B и C), для каждого из которых должны соблюдаться дополнительные указания к процедурам калибровки и разбавления. Предпочтительно проводить измерения без разбавления для диапазона A и использовать измерительные кюветы с меньшей длиной оптического пути с выполнением соответствующего разбавления для диапазонов B и C. Проведение измерений в диапазоне A (диапазоне низких значений) является более сложным; все относящиеся к данному диапазону указания должны соблюдаться в полном объеме без каких-либо исключений или внесений отдельных уточнений. Выполнение данного требования является единственным способом достижения улучшенных показателей прецизионности в диапазоне A, установленных при проведении межлабораторных сличительных испытаний.

Используя значение поглощения, измеренное в максимуме пика полосы поглощения, рассчитывают содержание FAME по калибровочной функции, полученной с использованием калибровочных растворов с известным содержанием FAME.

4 Реактивы и материалы

4.1 **FAME для калибровки**, представляющие собой FAME, отвечающие требованиям EN 14214.

4.2 **Средний дистиллят, не содержащий FAME,** используемый в качестве растворителя для разбавления и в качестве контрольной пробы для измерения фонового спектра. В частности, средний дистиллят, подходящий для данного типа пробы (дизельного топлива или печного бытового топлива), должен использоваться при проведении измерений в диапазоне A с целью предотвращения декомпенсации спектров в максимально возможной степени. В данном случае характеристика «не содержащий FAME» означает, что средний дистиллят не имеет полос поглощения в диапазоне ИК-сигналов, характерных для FAME.

4.3 **Растворители** для очистки, например этанол, *н*-пентан или циклогексан.

5 Аппаратура

5.1 **Инфракрасный спектрометр** дисперсионного или интерференционного типа, обеспечивающий регистрацию спектра в диапазоне волновых чисел от 400 до 4000 $см^{-1}$ с линейным поглощением в диапазоне значений от 0,1 до 1,1 единиц оптической плотности и обладающий разрешением не менее 4 $см^{-1}$.

5.2 **Кюветы** с окнами, изготовленными из KBr, NaCl или CaF_2, с известной длиной оптического пути. Дополнительные указания по выбору и подготовке кювет в зависимости от применяемого диапазона измерения, приведены в 7.1.

Пример – При использовании кюветы с длиной оптического пути 0,5 мм оптическая плотность раствора с концентрацией FAME 3 г/л [0,34 % (V/V)] в максимуме пика при волновом числе 1745 $см^{-1}$ должна составлять 0,4.

6 Отбор проб

Пробы следует отбирать в соответствии с EN ISO 3170 или EN ISO 3171, а также в соответствии с требованиями национальных стандартов, устанавливающих правила отбора проб испытуемого продукта. Пробы, испытания которых сразу же после отбора не проводятся, должны храниться в герметичной упаковке в прохладном и темном месте.

7 Проведение испытаний

7.1 Выбор и подготовка кюветы

Длину оптического пути кюветы (5.2) следует выбирать таким образом, чтобы интенсивности полученных чистых сигналов имели приемлемые значения (с точностью до двух десятичных знаков, см. отмеченные ячейки в таблице А.1). Значения интенсивностей сигналов должны находиться в пределах линейной области детектора.

В зависимости от диапазона измерений, А, В или С, следует руководствоваться дополнительными указаниями (см. рекомендации, приведенные в таблице А.1):

– диапазон А – использование кювет с максимально возможным значением длины оптического пути и проведение измерений предпочтительно без разбавления пробы;

– диапазон В – использование кювет с меньшим значением оптического пути и разбавление пробы с учетом предполагаемого содержания FAME;

– диапазон С – использование кювет с меньшим значением оптического пути и более сильное по сравнению с диапазоном В разбавление пробы с учетом предполагаемого содержания FAME.

Длина оптического пути кюветы должна быть известна или точно определена. При продолжительном использовании кюветы длина оптического пути должна периодически проверяться. Для каждой используемой кюветы должна проводиться индивидуальная калибровка с соблюдением всех других условий измерения в зависимости от используемого диапазона измерений. Применение нескольких или различных кювет во время одной калибровки не допускается.

Для калибровки и измерения должны использоваться одни и те же кюветы с точно определенной длиной оптического пути; номинальные значения (номинальная длина оптического пути, данные из маркировки, номинальные характеристики вкладыша в кюветы или аналогичные данные) без проведения соответствующего контроля и определения поправок использовать не допускается.

При использовании кювет, обладающих чувствительностью к воде, длину оптического пути следует измерять чаще. В случае изменения длины оптического пути определение ее значения и калибровку следует провести заново.

7.2 Очистка кювет

После каждого измерения кювету следует осторожно очистить растворителем (4.3). Выполнение данной процедуры является особенно важным после измерения проб с высоким содержанием FAME и при подготовке к проведению измерения проб с низким содержанием FAME. Кювету можно также очистить многократным ополаскиванием средним дистиллятом, не содержащим FAME (4.2).

Для очистки (но не для калибровки или разбавления) также допускается использовать циклогексан, или очистка может проводиться по следующей альтернативной схеме:

1) ополоснуть два раза *н*-пентаном, используя по 5 мл растворителя для каждого ополаскивания;

2) затем один раз ополоснуть 5 мл этанола (абсолютного);

3) затем еще раз ополоснуть 5 мл *н*-пентана и окончательно высушить с применением соответствующего оборудования.

В случае возникновения сомнений относительно чистоты кюветы следует записать контрольный спектр пробы, не содержащей FAME, и провести его проверку. Спектр не должен содержать сигналов при волновом числе 1750 $см^{-1}$.

7.3 Выбор длины оптического пути

7.3.1 Диапазон А

Установлено, что для определения значений в диапазоне приблизительно от 0,05 % (*V*/*V*) до 3 % (*V*/*V*) наиболее подходящими являются кюветы с большим значением длины оптического пути (например, кювета с окном из KBr и длиной оптического пути приблизительно 0,5 мм, установленной с точностью до 0,01 мм). Допускается использование кювет из других материалов и с другими значениями длины оптического пути, но при этом для получения сигнала и отношения сигнала к шуму с приемлемыми

характеристиками не допускается использовать кюветы с длиной оптического пути менее 0,2 мм.

7.3.2 Диапазон B

Для определения содержания FAME в диапазоне значений приблизительно от 3 % (*V*/*V*) до 20 % (*V*/*V*) рекомендуются использовать кюветы с длиной оптического пути приблизительно 0,1 мм, установленной с точностью до 0,01 мм, совместно с проведением разбавления в соотношении 1:5 (см. данные, приведенные в таблице А.1). Допускается использование других кювет с иными значениями длины оптического пути, при этом разбавление должно проводиться в пределах значений, сопоставимых с указанной величиной, для предотвращения возникновения значительных ошибок, связанных с разбавлением.

7.3.3 Диапазон C

Для определения содержания FAME в диапазоне значений выше 20 % (*V*/*V*) рекомендуемыми параметрами измерения являются:

- длина оптического пути приблизительно 0,05 мм, установленная с точностью до 0,01 мм, совместно с проведением разбавления в соотношении 1:5;
- длина оптического пути приблизительно 0,1 мм, установленная с точностью до 0,01 мм, совместно с проведением разбавления в соотношении 1:10.

Более подробная информация приведена в таблице А.1.

7.4 Калибровка

7.4.1 Общие указания

Калибровка и связанные с ней измерения должны выполняться с соблюдением всех других условий измерений.

Чем ниже содержание FAME, тем меньше карбонильная полоса (даже если интенсивность поглощения по-прежнему высокая) и тем важнее проведение коррекции фона. Коррекция фона должна тщательно выполняться, особенно применительно к диапазону А, с использованием калибровочных проб (а также, по возможности, с использованием спектров холостых проб).

7.4.2 Приготовление калибровочных растворов

Приготовление калибровочных растворов рекомендуется проводить для следующих диапазонов:

– диапазон А – приблизительно от 0,05 % (*V*/*V*) до 3 % (*V*/*V*);
– диапазон В – приблизительно от 3 % (*V*/*V*) до 20 % (*V*/*V*);
– диапазон С – приблизительно от 20 % (*V*/*V*) до 50 % (*V*/*V*).

Для диапазона измерений следует приготавливать не менее пяти (предпочтительно более) калибровочных растворов с точно известным содержанием FAME (4.1) в среднем дистилляте, не содержащем FAME (4.2), путем взвешивания FAME в подходящих мерных колбах и доведения раствора до метки средним дистиллятом, не содержащим FAME.

Предупреждение – Метод, установленный в настоящем стандарте, обеспечивает обнаружение всех компонентов FAME с молекулами С8-С22, отвечающих требованиям EN 14214, путем измерения поглощения группой С=О инфракрасного излучения при волновом числе приблизительно 1745 $см^{-1}$. Точность результатов измерения определяется наилучшим совпадением средних молекулярных масс (пропорциональных длине цепи) в FAME, используемых для калибровки, и FAME, содержащихся в анализируемой пробе. Это означает, что если при определении содержания FAME, имеющих меньшую среднюю длину цепи, калибровка проводилась с использованием FAME, имеющих большую среднюю длину цепи, то будут получены существенно завышенные результаты, и наоборот. Для получения достоверных результатов рекомендуется использовать FAME для калибровки (4.1), средние молекулярные массы которых соответствуют испытуемому продукту.

Средний дистиллят, не содержащий FAME, следует использовать в качестве дополнительного калибровочного раствора (с номинальным значением содержания FAME, равным нулю). Не допускается приготавливать дополнительные калибровочные растворы путем разбавления из-за возможного накопления ошибок.

Каждый калибровочный раствор должен приготавливаться отдельно путем взвешивания.

7.4.3 Вычисление калибровочной функции

В каждом случае, без исключений, калибровочная функция имеет следующий вид

$$Y = F(X), \quad (1)$$

где Y – сигнал (зависимая переменная), т. е. скорректированная экстинкция $E_{корр}$;

X – содержание (независимая переменная), т. е. содержание FAME в граммах FAME на литр (г FAME/л).

Калибровочную функцию получают методом линейной регрессии, используя измеренные значения содержания FAME (X) и значения соответствующих скорректированных коэффициентов экстинкции E_{corr} (Y) для серии калибровочных растворов. Калибровочная функция, полученная таким способом, будет иметь следующий вид:

$$Y(i) = a \cdot X(i) + b, \quad (2)$$

где $Y(i)$ – определенное скорректированное значение экстинкции E_{corr} калибровочного раствора (i);
$X(i)$ – заданное содержание FAME в калибровочном растворе (i), г FAME/л;
a, b – коэффициенты регрессии (угол наклона прямой регрессии и отрезок ординаты, отсекаемый прямой регрессией, соответственно).

Коэффициент регрессии b (отрезок, отсекаемый на оси Y линией регрессии) в идеальном случае при правильном выполнении работы должен быть равен нулю. Однако значение данного коэффициента не должно искусственно задаваться равным нулю. Отклонение от нуля является следствием нормального статистического распределения точек измерения вокруг наиболее точно подобранной линии и влияния калибровочных растворов с более высоким содержанием FAME. В случае высоких или выпадающих значений отрезка, отсекаемого на оси Y линией регрессии, калибровку следует внимательно перепроверить.

Другие калибровочные модели недопустимы. Преобразование калибровочной функции, необходимое для вычисления результатов измерений, приведено в 8.1.

7.5 Подготовка пробы

В зависимости от концентрации FAME может потребоваться разбавление пробы дизельным топливом, не содержащим FAME. Для нахождения оптимального поглощения кратность разбавления следует выбирать в соответствии с приложением А.

Пробы разбавляют путем взвешивания определенного объема пробы, соответствующего кратности разбавления, в мерных колбах и доведением объема раствора до метки средним дистиллятом, не содержащим FAME.

7.6 Запись инфракрасного спектра

7.6.1 Общие указания

При возможности проведения многократного сканирования следует применять не менее 16 сканирований (количество сканирований при записи спектров всех проб должно быть одинаковым, см. также 7.4.1). Важно, чтобы все заданные настройки ИК-спектрометра также были постоянными.

7.6.2 Фоновый спектр и спектр сравнения

При проведении каждой калибровки снимают фоновый спектр и регистрируют его в качестве спектра сравнения для компенсации, выполняемой при проведении каждого измерения. Для этой цели следует использовать соответствующее базовое топливо для соответствующего типа пробы (см. 7.4.1 и 4.2).

7.6.3 Запись спектров

При регистрации спектров калибровочных растворов для устранения эффектов памяти в максимально возможной степени сначала регистрируют спектры холостых проб, затем спектры растворов в порядке возрастания содержания FAME. Кроме этого, перед проведением каждого измерения кюветы должны быть тщательно очищены.

Если во время заполнения кюветы произошло переливание жидкости через край, кювету следует тщательно очистить растворителем.

Кюветы и кратность разбавления выбирают и записывают с учетом предполагаемого содержания FAME. При наличии сомнений следует провести предварительное измерение отдельной порции пробы. ИК-спектр регистрируют в диапазоне значений от 4000 до 400 $см^{-1}$.

Из полученного ИК-спектра вычитают фоновый спектр и/или спектр сравнения. Следует добиться как можно более полной компенсации и избежать избыточной компенсации (отрицательные полосы), особенно в диапазоне волновых чисел, необходимом для проведения измерений. Окончательный ИК-спектр должен быть записан (предпочтительной является цифровая запись) для проверки, проведение которой может потребоваться в дальнейшем.

При возникновении затруднений, связанных с измерением и оценкой полос поглощения, особенно при низких значениях содержания FAME, определение результата рекомендуется проводить на основании многократных, независимых и отдельных измерений. Кроме того, в результате оценки разброса отдельных результатов могут быть получены полезные сведения о качестве измерения и оценке полос поглощения.

7.6.4 Определение экстинкции и скорректированной экстинкции

Для определения экстинкции и скорректированной экстинкции к спектру проводят касательную (в качестве базовой линии) между точками со значениями приблизительно 1670 $см^{-1}$ и 1820 $см^{-1}$. По разности значений поглощения в двух крайних точках прямой (перпендикулярной базовой линии), проведенной от базовой линии до максимума пика полосы поглощения при (1745 ± 5) $см^{-1}$, определяют экстинкцию E_{meas}. Для оценки следует обеспечить правильное определение базовой линии, достижение максимально точной коррекции фона и оптимального отношения сигнала к шуму.

При проведении вычислений должна быть учтена соответствующим образом используемая кратность разбавления. Скорректированной экстинкцией E_{corr} является экстинкция, измеренная в ИК-спектре E_{meas} и пересчитанная (приведенная или скорректированная) для неразбавленной пробы. E_{corr} применяется только для конкретной используемой ячейки и рассчитывается по формуле

$$E_{corr} = E_{meas} \times (V_{VF} / V_{SV}), \quad (3)$$

где V_{VF} – вместимость мерной колбы, которая использовалась для разбавления пробы, мл;
V_{SV} – объем пробы для разбавления, мл.

При испытании неразбавленной пробы кратность разбавления равна единице. В этом случае для обоих объемов следует использовать значение 1,0.

Примечание – В отличие от экстинкции E_{meas}, значения которой должны лежать в линейной области детектора (см. комментарии, приведенные выше), для неразбавленных проб при выполнении пересчета в соответствии с формулой (3), в том случае если проводится измерение более высоких значений содержания FAME, могут быть получены значительно более высокие значения E_{corr}.

8 Обработка результатов

8.1 Расчет содержания FAME в граммах на литр (г/л)

Содержание FAME рассчитывают по формуле, полученной при выражении X из калибровочной функции (2)

$$X_S = \frac{E_{corr} - b}{a}, \quad (4)$$

где a – коэффициент линейной регрессии (угол наклона линии регрессии) (7.4.3);
b – коэффициент линейной регрессии (отрезок, отсекаемый линией регрессии на оси Y) (7.4.3);
X_S – определяемое значение содержания FAME в испытуемой пробе, г/л.

8.2 Перевод единиц измерения содержания FAME из г/л в % (*V/V*)

Результаты определения содержания FAME, выраженные в граммах на литр (г/л), преобразуют, используя номинальное значение плотности FAME (15 °C), равное 883,0 кг, следующим образом

$$Y_S = 100 \cdot X_S / 883 \ , \quad (5)$$

где Y_S – содержание FAME, % (*V/V*);
X_S – содержание FAME, г/л.

Пример – 23,5 г FAME/л → 2,6614 % (V/V) при округлении до 0,01 % (V/V) равно 2,66 % (диапазон A, см. 7.4.2).

9 Выражение результатов

Неокругленное значение содержания FAME в граммах на литр (г/л) используют в качестве промежуточного результата определения.

Для преобразования промежуточного результата определения в значение, выраженное в % (*V/V*), используют формулу (5), приведенную в 8.2.

Результат определения в диапазоне A записывают в протокол испытаний в % (*V/V*) с округлением до двух десятичных знаков.

Результат определения в диапазонах B и C записывают в протокол испытаний в % (*V/V*) с округ-

лением до одного десятичного знака.

10 Прецизионность метода

10.1 Общие положения

Приведенные показатели прецизионности получены в результате статистической обработки результатов межлабораторных испытаний матрицы различных дизельных топлив с низким и высоким содержанием FAME, а также трех типов печных бытовых топлив (только для диапазона измерения А) в соответствии с [1].

Примечание – Межлабораторные испытания и статистическая обработка подробно описаны в отчете проекта Европейской комиссии Bioscopes [2].

10.2 Повторяемость *r*

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования при одинаковых условиях испытания на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные в таблице 1.

10.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Показатели прецизионности

Диапазон измерения и тип продукта	Повторяемость *r*, % (*V*/*V*)	Воспроизводимость *R*, % (*V*/*V*)
Средний дистиллят, диапазон А	$r = 0{,}0126\,X + 0{,}0079$	$R = 0{,}0499\,X + 0{,}0231$
Средний дистиллят, диапазон В	$r = 0{,}0166\,X - 0{,}0195$	$R = 0{,}0793\,X - 0{,}0413$
Средний дистиллят, диапазон С	$r = 0{,}0032\,X + 0{,}4187$	$R = 0{,}0632\,X - 0{,}0036$
Печное бытовое топливо с содержанием FAME приблизительно 0,06 % (*V*/*V*)	0,004	0,015
X – среднее арифметическое сравниваемых результатов.		

11 Протокол испытания

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:
a) ссылку на настоящий стандарт;
b) тип испытуемого продукта и информацию для его полной идентификации;
c) результат испытаний (см. раздел 9);
d) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода;
e) диапазон метода испытания (A, B или C), в котором проводилось измерение;
f) дату испытаний.

Приложение А
(справочное)

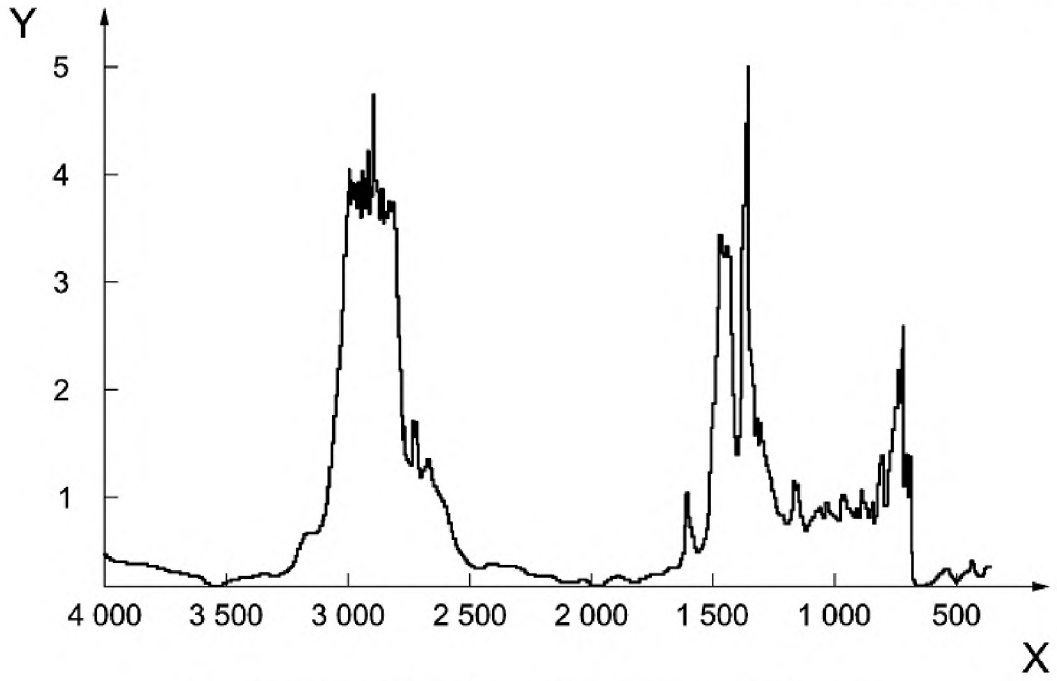
Дополнительные указания к процедурам калибровки и разбавления

В таблице А.1 приведена дополнительная информация по выбору длины оптического пути и кратности разбавления. Все значения таблицы А.1 являются приблизительными данными и приведены в качестве примера. Ячейки с цифрами, выделенными жирным шрифтом, указывают предположительно наиболее важный диапазон для данного метода испытаний. Следует обратить внимание на линейность показаний. Наиболее точные результаты могут быть получены при проведении определения экстинкции предпочтительно в средней области диапазона экстинкции. Таким образом, следует выбирать оптимальное сочетание типа кюветы и кратности разбавления, основываясь на результатах предварительных испытаний. Данные приблизительные значения могут значительно различаться из-за различия материалов кювет.

Таблица А.1 – Оценочные данные для выбора длины оптического пути и кратности разбавления

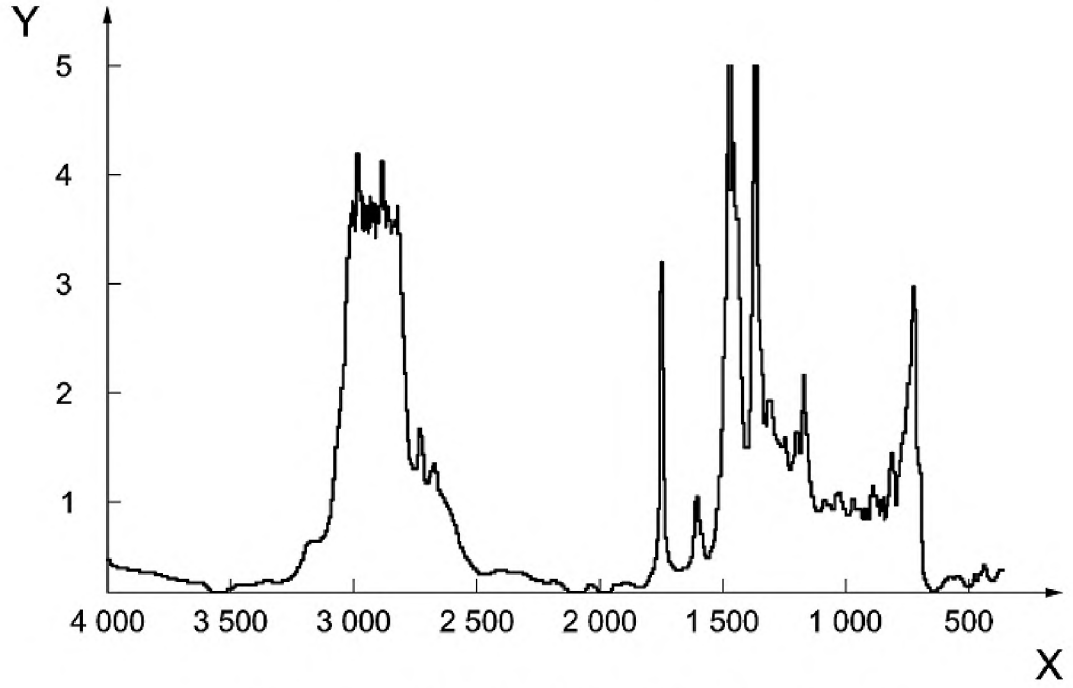
FAME, г/л	FAME, % (*V/V*)	Поглощение при:											
		Разбавление											
		Без разбавления	Без разбавления	Без разбавления	1:2	1:2	1:2	1:5	1:5	1:5	1:10	1:10	1:10
		Длина оптического пути, мм			Длина оптического пути, мм			Длина оптического пути, мм			Длина оптического пути, мм		
		(1,0)	0,5	0,1	(1,0)	0,5	0,1	(1,0)	0,5	0,1	0,5	0,1	0,05
0,009	0,001	0,003	0,001	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
0,044	0,005	0,012	0,006	0,001	0,01	–	–	–	–	–	–	–	–
0,09	0,010	0,023	0,012	0,002	0,01	0,01	–	–	–	–	–	–	–
0,22	0,025	0,058	0,029	0,006	0,03	0,01	–	0,01	0,01	–	–	–	–
0,44	0,050	**0,12**	0,059	0,012	0,06	0,03	0,01	0,02	0,01	–	0,01	–	–
0,88	0,100	**0,23**	**0,12**	0,023	**0,12**	0,06	0,01	0,05	0,02	–	0,01	–	–
2,21	0,25	**0,59**	**0,29**	0,059	**0,29**	**0,15**	0,03	**0,12**	0,06	0,01	0,03	0,01	–
4,42	0,50	**1,17**	**0,59**	**0,12**	**0,59**	**0,29**	0,06	**0,23**	**0,12**	0,02	0,06	0,01	0,01
8,83	1,00	2,33	**1,17**	**0,23**	**1,17**	**0,58**	**0,12**	**0,47**	**0,23**	0,05	**0,12**	0,02	0,01
13,25	1,50	3,51	1,75	**0,35**	1,75	**0,88**	**0,18**	**0,70**	**0,35**	0,07	**0,18**	0,03	0,02
17,66	2,00	4,67	2,33	**0,47**	2,33	**1,17**	**0,23**	**0,93**	**0,47**	0,09	**0,23**	0,05	0,02
22,08	2,50	5,84	2,92	**0,58**	2,92	1,46	**0,29**	**1,17**	**0,58**	**0,12**	**0,29**	0,06	**0,03**
26,49	3,00	7,00	3,50	**0,70**	3,50	1,75	**0,35**	1,40	**0,70**	**0,14**	**0,35**	0,07	**0,04**
30,91	3,5	8,17	4,09	**0,82**	4,09	2,04	**0,41**	1,63	**0,82**	**0,16**	**0,41**	0,08	**0,04**
35,32	4,0	9,34	4,67	**0,93**	4,67	2,34	**0,47**	1,87	**0,93**	**0,19**	**0,47**	0,09	**0,05**
39,74	4,5	10,5	5,26	**1,05**	5,26	2,63	**0,53**	2,10	**1,05**	**0,21**	**0,53**	0,11	**0,05**
44,15	5,0	11,7	5,84	**1,17**	5,84	2,92	**0,58**	2,34	**1,17**	**0,23**	**0,59**	**0,12**	**0,06**
48,57	5,5	12,9	6,43	1,29	6,43	3,21	**0,64**	2,57	1,29	**0,26**	**0,65**	**0,13**	**0,06**
52,98	6,0	14,0	7,01	1,40	7,01	3,50	**0,70**	2,80	1,40	**0,28**	**0,70**	**0,14**	**0,07**
57,40	6,5	15,2	7,59	1,52	7,59	3,80	**0,76**	3,04	1,52	**0,30**	**0,76**	**0,15**	**0,08**
88,30	10,0	23,4	11,7	2,34	11,69	5,84	**1,17**	4,67	2,34	**0,47**	**1,17**	**0,23**	**0,12**
132,45	15,0	35,1	17,5	3,51	17,53	8,77	1,75	7,01	3,51	**0,70**	1,76	**0,35**	**0,18**
176,60	20,0	46,7	23,4	4,67	23,37	11,69	2,34	9,35	4,67	**0,93**	2,34	**0,47**	**0,23**
220,75	25,0	58,4	29,2	5,84	29,21	14,61	2,92	11,69	5,84	**1,17**	2,92	**0,58**	**0,29**
264,90	30,0	70,1	35,1	7,01	35,05	17,53	3,51	14,02	7,01	1,40	3,51	**0,70**	**0,35**
353,20	40,0	93,5	46,7	9,35	46,75	23,37	4,67	18,70	9,35	1,87	4,68	**0,93**	**0,47**
441,5	50,0	–	58,44	11,68	–	29,22	5,84	–	11,69	2,34	7,01	**1,17**	**0,58**
423,84	60,0	–	–	14,03	–	0,00	7,01	–	0,00	2,81	9,35	0,00	**0,70**

Ниже приведены примеры инфракрасных спектров. На рисунке А.1 показан спектр дизельного топлива, не содержащего FAME, а на рисунке А.2 – спектр обычного смесевого дизельного топлива с содержанием FAME 5 % (*V/V*).



X – волновое число, $см^{-1}$; Y – условные единицы поглощения

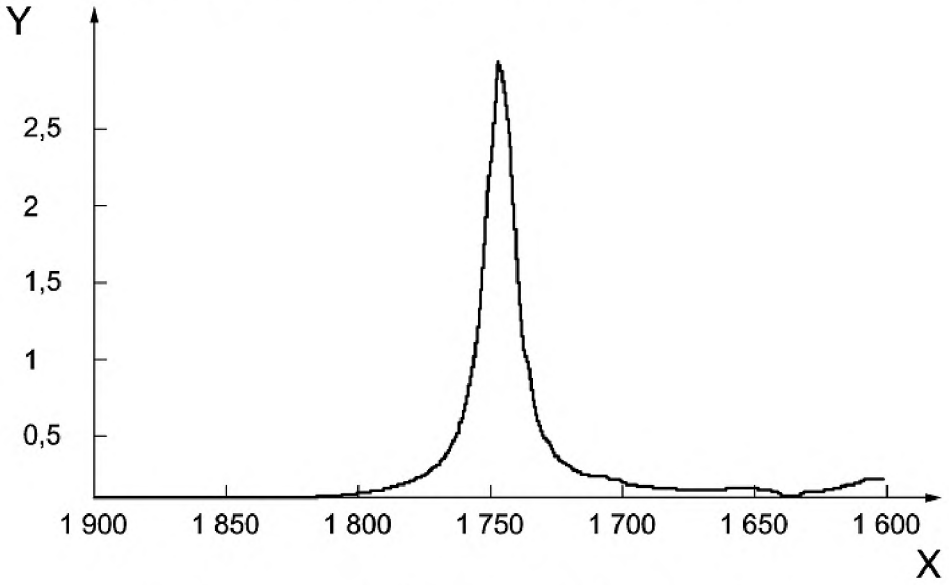
Рисунок А.1 – Пример ИК-спектра дизельного топлива (не содержащего FAME)



X – волновое число, $см^{-1}$; Y – условные единицы поглощения

Рисунок А.2 – Пример ИК-спектра смесевого дизельного топлива

На рисунке А.3 показано чистое поглощение (после корректировки методом базовой линии) для пробы смесевого дизельного топлива с содержанием FAME 4 % (*V/V*) при измерении с использованием кюветы с окном из KBr с длиной оптического пути 490 мкм. В данном примере компенсация фона была проведена с помощью дизельного топлива, не содержащего FAME.



X – волновое число, $см^{-1}$; Y – условные единицы поглощения

Рисунок А.3 – Поглощение смесевого дизельного топлива с содержанием FAME 4 % (*V/V*) в соответствии с процедурой определения методом базовой линии

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским стандартам

Т а б л и ц а Д.А.1 – Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским стандартам

Обозначение и наименование ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 14214:2012+A1:2014		*
EN ISO 3170:2004		*
EN ISO 3171:1999		*
* Соответствующие межгосударственные стандарты отсутствуют. Пользоваться официальным переводом.		

Библиография

[1] EN ISO 4259:2006 Petroleum products – Determination and application of precision data in relation to methods of test (ISO 4259:2006)
(Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания)

[2] Bioscopes Project Report, Improvements needed for the biodiesel standard EN 14214, April 2008 (Отчет проекта Beoscopes. Изменения, необходимые для улучшения стандарта на биодизельное топливо EN 14214, апрель 2008 г.). Имеется в наличии в секретариате CEN/TC 19 (NEN, PO Box 5059, 2600 GB Delft, The Netherlands, gost.e-ecolog.ru

УДК 665.71:543.635.3:543.42(083.74)(476) МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты жидкие, определение метиловых эфиров жирных кислот, метод инфракрасной спектрометрии

gost.e-ecolog.ru