ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 14078-2012

Нефтепродукты жидкие

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

Нафтапрадукты вадкія

ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ МЕТЫЛАВЫХ ЭФІРАЎ ТЛУСТЫХ КІСЛОТ (FAME) У СЯРЭДНІХ ДЫСТЫЛЯТАХ МЕТАДАМ ІНФРАЧЫРВОНАЙ СПЕКТРАМЕТРЫІ

(EN 14078:2009, IDT)

Настоящий государственный стандарт СТБ EN 14078-2012 идентичен EN 14078:2009 и воспроизведен с разрешения CEN/CENELEC, Avenue Marnix 17, B-100 Brussels. Все права на использование европейских стандартов в любой форме и любым способом сохраняются во всем мире за CEN/CENELEC и его национальными членами, а их воспроизведение возможно только при наличии письменного разрешения CEN/CENELEC в лице Государственного комитета по стандартизации Республики Беларусь.

Издание официальное

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.71:543.635.3:543.42(083.74)(476) МКС 75.160.20 КП 03 IDT
Ключевые слова: нефтепродукты жидкие, определение метиловых эфиров жирных кислот, метод инфракрасной спектрометрии

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 29 ноября 2012 г. № 78

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 14078:2009 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).

В стандарт внесены редакционные изменения: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского стандарта с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004; раздел 6 дополнен уточняющей информацией, выделенной подчеркиванием.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

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

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВЗАМЕН СТБ EN 14078-2008

© Госстандарт, 2013

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

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

Нафтапрадукты вадкія
ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ МЕТЫЛАВЫХ ЭФІРАЎ ТЛУСТЫХ КІСЛОТ (FAME) У СЯРЭДНІХ ДЫСТЫЛЯТАХ МЕТАДАМ ІНФРАЧЫРВОНАЙ СПЕКТРАМЕТРЫІ

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

Дата введения 2013-09-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение содержания метиловых эфиров жирных кислот (далее – FAME) в дизельном и печном бытовом топливе методом спектроскопии в средней инфракрасной (далее – ИК) области. Метод, установленный в настоящем стандарте, применяется для определения содержания FAME в следующих двух диапазонах значений:

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

– в диапазоне В – для определения содержания FAME в пределах значений приблизительно от 3 % (*V/V*) до 20 % (*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, отвечающих требованиям EN 14214:2008 + A1:2009 и EN 14213:2003. 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 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 стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

EN ISO 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб

EN ISO 3171:1999 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов

Издание официальное

EN 14213:2003 Топливо котельное. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Технические требования и методы испытаний

EN 14214:2008:A1 + 2009 Топлива для двигателей внутреннего сгорания. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME) для дизельных двигателей. Технические требования и методы испытаний

3 Сущность метода

Записывают спектр поглощения в средней ИК-области испытуемой части пробы, разбавленной соответствующим образом 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 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 на литр (г/л), в значения, выраженные в % (V/V), принято использовать фиксированное значение плотности FAME, равное 883,0 $кг/м^3$ (15 °C).

Определены два диапазона измерения (A и B), 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 для диапазона B. 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

4.1 FAME для калибровки, представляющие собой FAME, отвечающие требованиям EN 14214:2008 + A1:2009 (автомобильное дизельное топливо) или EN 14213:2003 (печное бытовое топливо).

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 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 ТНПА, 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 не менее чем до 0,01, см. отмеченные ячейки в таблице А.1). Значения интенсивностей сигналов должны находиться в пределах линейной области детектора.

В зависимости от диапазона измерений, А или В, 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.

Длина оптического пути кюветы должна быть известна или точно определена. При продолжительном использовании кюветы длина оптического пути должна периодически проверяться. Для каждой используемой ячейки 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*-пентаном и окончательно высушить с применением соответствующего оборудования.

В случае возникновения сомнений относительно чистоты кюветы следует записать контрольный ИК-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

При выборе кюветы необходимо учитывать, что для определения низких значений содержания FAME 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 В

Для определения высоких значений содержания FAME кюветы с длиной оптического пути приблизительно 0,1 мм, установленной с точностью до 0,01 мм, разбавление рекомендуется проводить 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.

7.4 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 A, 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 A – приблизительно от 0,05 % (*V*/*V*) до 3 % (*V*/*V*);

– диапазон B – приблизительно от 3 % (*V*/*V*) до 20 % (*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.

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 общем случае калибровочная функция имеет следующий вид:

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

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

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:

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

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.

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

7.5 Запись инфракрасного спектра

7.5.1 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.

7.5.2 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).

7.5.3 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.

Примечание 1 – 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.

Примечание 2 – 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.

7.5.4 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 используемая кратность разбавления должна быть учтена соответствующим образом. 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} – объем 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, b – коэффициенты линейной регрессии (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:

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

где Y_S – результат пересчета содержания 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 %.

9 Выражение результатов

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

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

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

Результат определения в диапазоне В записывают в протокол испытаний в % (*V*/*V*) с округлением 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	$r = 0{,}0126X + 0{,}0079$	$R = 0{,}0499X + 0{,}0231$
Средний дистиллят, диапазон В	$r = 0{,}0166X - 0{,}0195$	$R = 0{,}0793X - 0{,}0413$
Печное бытовое топливо с содержанием FAME приблизительно 0,06 % (*V*/*V*)	0,004	0,015
X – среднеарифметическое 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 (А или В), в котором проводилось измерение;

f) дату испытаний.

Приложение А
(справочное)

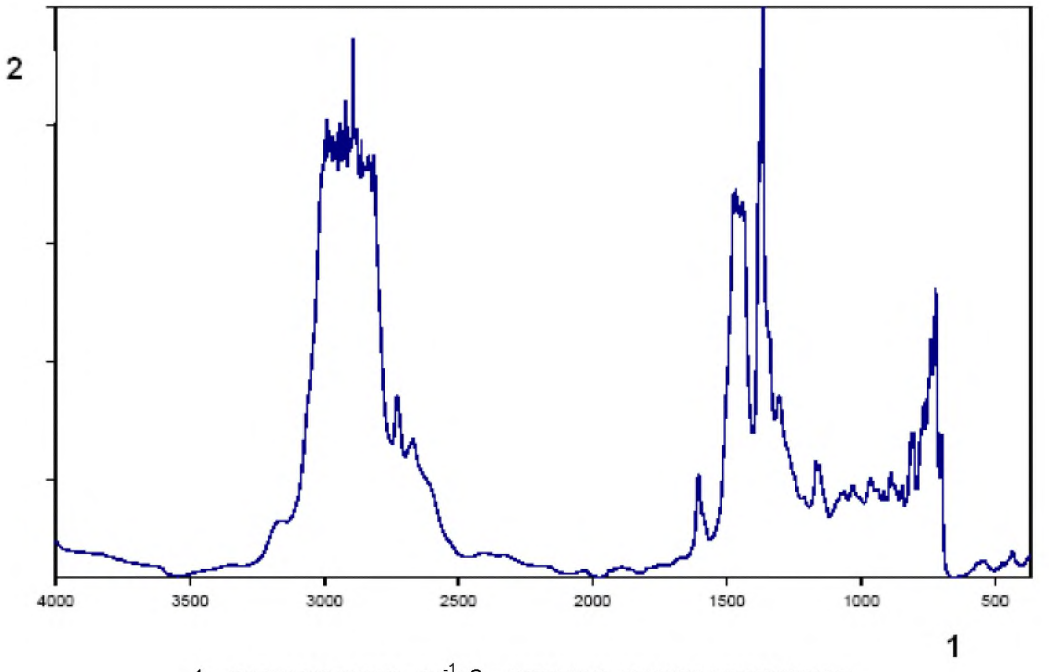
Дополнительные указания к процедурам калибровки и разбавления

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

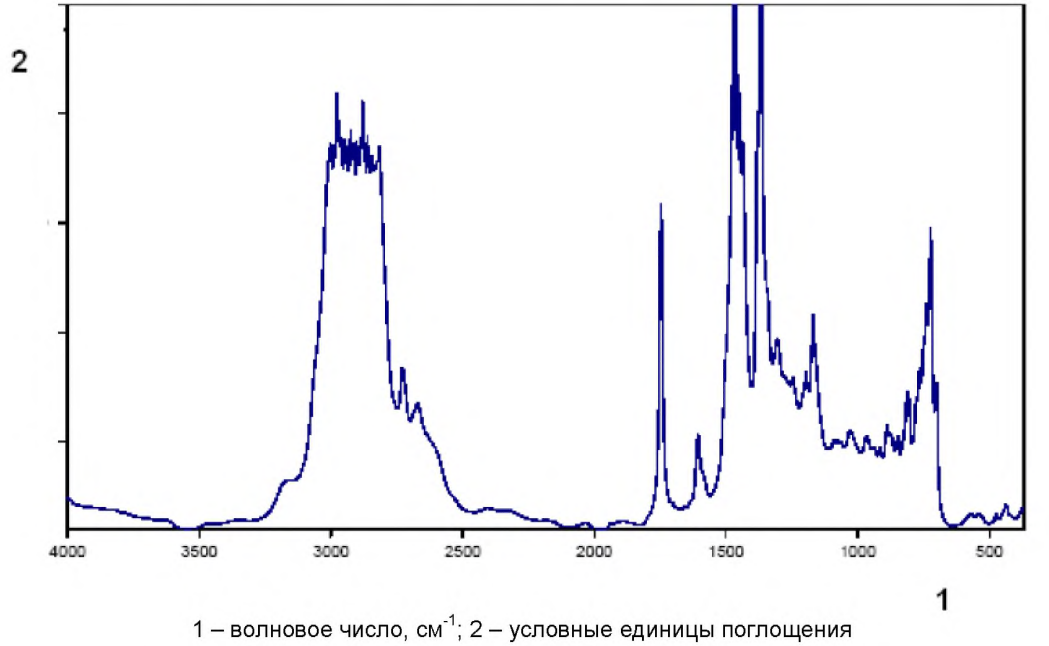
FAME, г/л	FAME, % (*V/V*)	Поглощение при:								
		Разбавление								
		Без разбавления	Без разбавления	Без разбавления	1 : 2	1 : 2	1 : 2	1 : 5	1 : 5	1 : 5
		Длина оптического пути, мм			Длина оптического пути, мм			Длина оптического пути, мм		
		(1,0)	0,5	0,1	(1,0)	0,5	0,1	(1,0)	0,5	0,1
0,009	0,001	0,003	0,001	0,000	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,044	0,005	0,012	0,006	0,001	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,09	0,010	0,023	0,012	0,002	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00
0,22	0,025	0,058	0,029	0,006	0,03	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00
0,44	**0,050**	**0,12**	0,059	0,012	0,06	0,03	0,01	0,02	0,01	0,00
0,88	**0,100**	**0,23**	**0,12**	0,023	**0,12**	0,06	0,01	0,05	0,02	0,00
2,21	**0,25**	**0,59**	**0,29**	0,059	**0,29**	**0,15**	0,03	**0,12**	0,06	0,01
4,42	**0,50**	**1,17**	**0,59**	**0,12**	**0,59**	**0,29**	0,06	**0,23**	**0,12**	0,02
8,83	**1,00**	2,33	**1,17**	**0,23**	**1,17**	**0,58**	**0,12**	**0,47**	**0,23**	0,05
13,25	**1,50**	3,51	1,75	**0,35**	1,75	**0,88**	**0,18**	**0,70**	**0,35**	0,07
17,66	**2,00**	4,67	2,33	**0,47**	2,33	**1,17**	**0,23**	**0,93**	**0,47**	0,09
22,08	**2,50**	5,84	2,92	**0,58**	2,92	1,46	**0,29**	**1,17**	**0,58**	**0,12**
26,49	**3,00**	7,00	3,50	**0,70**	3,50	1,75	**0,35**	1,40	**0,70**	**0,14**
30,91	**3,5**	8,17	4,09	**0,82**	4,09	2,04	**0,41**	1,63	**0,82**	**0,16**
35,32	**4,0**	9,34	4,67	**0,93**	4,67	2,34	**0,47**	1,87	**0,93**	**0,19**
39,74	**4,5**	10,5	5,26	**1,05**	5,26	2,63	**0,53**	2,10	**1,05**	**0,21**
44,15	**5,0**	11,7	5,84	**1,17**	5,84	2,92	**0,58**	2,34	**1,17**	**0,23**
48,57	**5,5**	12,9	6,43	1,29	6,43	3,21	**0,64**	2,57	1,29	**0,26**
52,98	**6,0**	14,0	7,01	1,40	7,01	3,50	**0,70**	2,80	1,40	**0,28**
57,40	**6,5**	15,2	7,59	1,52	7,59	3,80	**0,76**	3,04	1,52	**0,30**
88,30	10,0	23,4	11,7	2,34	11,69	5,84	**1,17**	4,67	2,34	**0,47**
132,45	15,0	35,1	17,5	3,51	17,53	8,77	1,75	7,01	3,51	**0,70**
176,60	20,0	46,7	23,4	4,67	23,37	11,69	2,34	9,35	4,67	**0,93**
220,75	25,0	58,4	29,2	5,84	29,21	14,61	2,92	11,69	5,84	**1,17**
264,90	30,0	70,1	35,1	7,01	35,05	17,53	3,51	14,02	7,01	1,40
353,20	40,0	93,5	46,7	9,35	46,75	23,37	4,67	18,70	9,35	1,87

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*).



1 – волновое число, $см^{-1}$; 2 – условные единицы поглощения

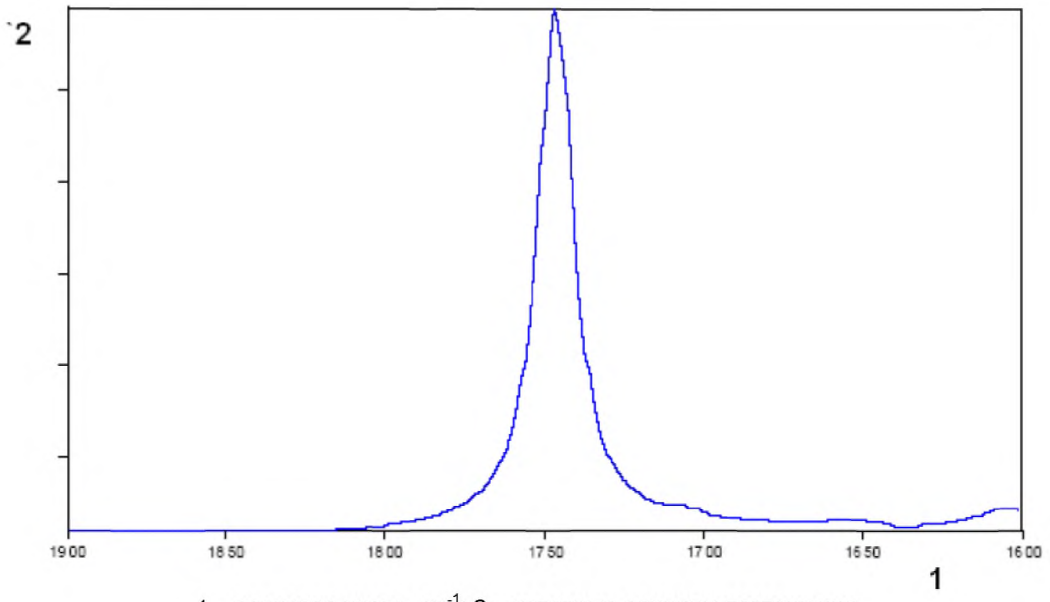
Рисунок А.1 – Пример ИК-спектра дизельного топлива (не содержащего FAME)



1 – волновое число, $см^{-1}$; 2 – условные единицы поглощения

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

На рисунке А.3 показан спектр (в данном случае для смесевого дизельного топлива с содержанием FAME 4 %), записанный в соответствии с процедурой определения поглощения. В данном примере компенсация фона была проведена с помощью дизельного топлива, не содержащего FAME (кювета с окном из KBr, 490 мкм).



1 – волновое число, $см^{-1}$; 2 – условные единицы поглощения

Рисунок А.3 – Поглощение смесевого дизельного топлива в соответствии с процедурой определения методом базовой линии

Библиография

[1] EN ISO 4259 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 испытаний)

[2] Bioscopes Project Report (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

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному европейскому стандарту, который является идентичным международному стандарту

Обозначение и наименование ссылочного европейского стандарта	Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
EN ISO 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	ISO 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	IDT	СТБ ИСО 3170-2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб (ISO 3170:2004, IDT)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 05.02.2013. Подписано в печать 25.03.2013. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная. Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,74 Уч.- изд. л. 0,80 Тираж 7 экз. Заказ 230

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru