МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33077—
2014**

ТОПЛИВО БИОДИЗЕЛЬНОЕ

Определение содержания метиловых эфиров жирных кислот (FAME) спектроскопией в средней инфракрасной области (метод FTIR-ATR-PLS)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2015**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 484-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33077—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 7371-12 Standard test method for determination of biodiesel (fatty acid methyl esters) content in diesel fuel oil using mid infrared spectroscopy (FTIR-ATR-PLS method) [Стандартный метод определения содержания биодизельного топлива (метиловых эфиров жирных кислот) в дизельном топливе с использованием спектроскопии в средней инфракрасной области (метод FTIR-ATR-PLS)].

Стандарт разработан подкомитетом D02.04.0F «Абсорбционные спектроскопические методы» Комитета ASTM D02 «Нефтяные топлива и смазочные материалы».

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов ASTM, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам ASTM приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения и сокращения 2
4 Сущность метода 3
5 Назначение и применение 3
6 Помехи 3
7 Аппаратура 3
8 Реактивы и материалы 4
9 Отбор проб и обращение с пробами 5
10 Калибровка и квалификационные испытания аппаратуры 5
11 Проверка качества 6
12 Проведение испытаний 6
13 Вычисления 7
14 Протокол испытаний 7
15 Прецизионность и смещение 7
Приложения (справочные)
А1 Калибровка и квалификация аппаратуры 9
А2 Выбор базового биодизельного топлива В100 и дизельного топлива для калибровочных и квалификационных образцов 13
А3 Спектры 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов ссылочным стандартам 16

Поправка к ГОСТ 33077—2014 Топливо биодизельное. Определение содержания метиловых эфиров жирных кислот (FAME) спектроскопией в средней инфракрасной области (метод FTIR-ATR-PLS)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт

(ИУС № 2 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО БИОДИЗЕЛЬНОЕ

Определение содержания метиловых эфиров жирных кислот (FAME) спектроскопией в средней инфракрасной области (метод FTIR-ATR-PLS)

Biodiesel fuel blends. Determination of fatty acid methyl esters (FAME) content using mid infrared spectroscopy (FTIR-ATR-PLS method)

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания метиловых эфиров жирных кислот (FAME) в смеси базового биодизельного топлива с нефтяным дизельным топливом. Настоящий стандарт применим к содержанию FAME от 1,00 % об. до 20,00 % об. (см. примечание 1). Настоящий метод используют только для определения содержания FAME. Этиловые эфиры жирных кислот (FAEE) вызывают отрицательное смещение.

Примечание 1 — При использовании соответствующей ATR приставки диапазон может быть расширен от 1 % об. до 100 % об., однако прецизионность для содержания FAME свыше 20 % об. не установлена.

1.2 Значения, приведенные в единицах системы СИ, считаются стандартными. Значения в скобках указаны только для информации.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы.

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 975 Standard specification for diesel fuel oils (Стандартная спецификация на дизельные топлива)

ASTM D 976 Standard test method for calculated cetane index of distillate fuels (Стандартный метод вычисления цетанового индекса дистиллятных топлив)

ASTM D 1298 Standard test method for density, relative density (specific gravity), or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method [Стандартный метод определения плотности, относительной плотности (удельного веса) или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром]

ASTM D 4052 Standard test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter (Стандартный метод определения плотности, относительной плотности и плотности жидкостей в градусах API цифровым плотномером)

ASTM D 4057 Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Стандартная практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов)

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru лужбе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru нформационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

ASTM D 4177 Standard practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Стандартная практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4307 Standard practice for preparation of liquid blends for use as analytical standards (Стандартная практика приготовления смесей жидкостей для использования в качестве аналитических стандартов)

ASTM D 4737 Standard test method for calculated cetane index by four variable equation (Стандартный метод вычисления цетанового индекса по уравнению с четырьмя переменными)

ASTM D 5854 Standard practice for mixing and handling of liquid samples of petroleum and petroleum products (Стандартная практика смешивания и обращения с жидкими пробами нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 6299 Standard practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance(Стандартная практика применения статистических методов обеспечения контроля качества и методы построения диаграмм для оценки качества измерительных систем)

ASTM D 6751 Standard specification for biodiesel fuel blend stock (B100) for middle distillate fuels [Стандартная спецификация на базовую смесь биодизельного топлива (B100) для среднедистиллятных топлив]

ASTM D 7467 Standard specification for diesel fuel oil, biodiesel blend (B6 to B20) [Стандартная спецификация на нефтяное дизельное топливо, биодизельная смесь (от B6 до B20)]

ASTM E 168 Standard practices for general techniques of infrared quantitative analysis (Стандартные практики общих методов инфракрасного количественного анализа)

ASTM E 1655 Standard practices for infrared multivariate quantitative analysis (Стандартные практики инфракрасного многомерного количественного анализа)

ASTM E 2056 Standard practice for qualifying spectrometers and spectrophotometers for use in multivariate analyses, calibrated using surrogate mixtures (Стандартная практика квалификации спектрометров и спектрофотометров, калиброванных с помощью имитирующих смесей, для использования в многомерном анализе)

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1.1 **базовое биодизельное топливо B100** (biodiesel B100): Топливо из моноалкиловых эфиров длинноцепочечных жирных кислот, полученных из растительных масел или животных жиров, обозначаемое B100 (см. ASTM D 6751).

3.1.2 **биодизельная смесь BXX** (biodiesel blend, BXX): Смесь базового биодизельного топлива и нефтяного дизельного топлива (см. ASTM D 7467).

3.1.2.1 **Пояснение** — В аббревиатуре BXX символ XX обозначает содержание базового биодизельного топлива B100 в топливной смеси в объемных процентах (см. ASTM D 6751).

3.1.3 **дизельное топливо** (diesel fuel): Нефтяное среднедистиллятное топливо.

3.1.4 **многомерная калибровка** (градуировка с многими переменными) (multivariate calibration): Процесс создания модели, устанавливающей зависимость содержания компонентов или их свойства от оптической плотности набора известных эталонных образцов при более чем одной длине волны или частоте. См. ASTM E 1655.

3.1.4.1 **Пояснение** — Полученные многомерные калибровочные модели используются при анализе спектров неизвестных образцов для вычисления содержания компонента или значения характеристик неизвестного образца.

3.1.4.2 **Пояснение** — В настоящем методе испытаний в качестве алгоритма многомерной калибровки используется метод частных наименьших квадратов (PLS) по ASTM E 1655.

3.2 Сокращения

ATR — нарушенное полное внутреннее отражение;

BXX — см. 3.1.2;

FAEE — этиловые эфиры жирных кислот;

FAME — метиловые эфиры жирных кислот;

FTIR — инфракрасная спектроскопия с использованием преобразования Фурье;

Mid-IR — средняя инфракрасная область;

PLS — метод частных наименьших квадратов;

ULSD — дизельное топливо со сверхнизким содержанием серы.

4 Сущность метода

4.1 Образец дизельного топлива, базового биодизельного топлива В100 или биодизельной смеси помещают в жидкостную приставку с нарушенным полным внутренним отражением (ATR приставку). Луч инфракрасного излучения, отражаемый образцом, улавливается детектором и определяется отклик детектора. Длина волны спектра поглощения в значительной степени зависит от анализируемой биодизельной смеси или помех. С помощью многомерного математического анализа для выбранных областей спектра отклик детектора преобразуется в содержание метиловых эфиров жирных кислот (FAME).

4.2 В настоящем методе испытаний используют ИК-спектрометр с преобразованием Фурье в средней инфракрасной области и ATR приставку. Для вычисления алгоритма калибровки по методу частных наименьших квадратов (PLS) используют спектр поглощения.

5 Назначение и применение

5.1 Базовое биодизельное топливо В100 является промышленным компонентом для смешения, используемым в основном как дополнительный компонент дизельного топлива.

5.2 Настоящий метод применяют для контроля качества при производстве и реализации дизельного топлива и биодизельных смесей, содержащих FAME.

6 Помехи

6.1 Углеводородный состав дизельного топлива оказывает значительное влияние на калибровочную модель. Поэтому для надежной калибровочной модели важно, чтобы в калибровочном наборе был представлен нефтяной компонент биодизельной смеси.

6.2 Помехи можно свести к минимуму правильным выбором аппарата, модели калибровочной матрицы, использованием методов многомерной калибровки и процедуры оценки, приведенных в настоящем стандарте.

6.3 Помехи от водяного пара

Калибровочные и анализируемые полосы спектра, приведенные в А1.2, находятся в областях, где в инфракрасном спектре могут появиться сигналы от водяных паров, которые следует учитывать при калибровке при низких значениях концентрации FAME в биодизельной смеси.

Примечание 2 — Для удаления водяного пара продувают спектрометр сухим воздухом или азотом несколько часов перед проведением испытаний до стабилизации, поскольку на начальных этапах продувания содержания влаги в спектрометре быстро изменяется. Если удаление водяного пара продуванием или профилактикой невозможно, следует измерить стандартный фоновый спектр с точно установленным соотношением компонентов для коррекции спектра каждого анализируемого образца. Как правило, в современных спектрометрических системах эта процедура выполняется автоматически, и процедуру автоматизированной коррекции фона следует проводить в соответствии с инструкцией изготовителя по использованию спектрометра. Для сведения к минимуму влияния водяного пара спектрометр должен быть герметизирован и просушен, а дополнительное оборудование должно присоединяться герметично.

6.4 Помехи от этиловых эфиров жирных кислот (FAEE)

Присутствие FAEE в базовом биодизельном топливе приводит к получению заниженного общего содержания биодизельного топлива в смеси. Выбросы результатов при статистической обработке данных могут быть полезны для определения высокого содержания FAEE (дополнительная информация по FAEE приведена в исследовательском отчете, см. раздел 15).

6.5 Помехи от нерастворенной воды

При испытании образцов, содержащих нерастворенную воду, получают ошибочные результаты. Мутные или насыщенные водой образцы перед введением в ячейку ATR приставки фильтруют через сухую фильтровальную бумагу, пока они не станут прозрачными.

7 Аппаратура

7.1 Спектрометрический анализатор в средней инфракрасной области

7.1.1 ИК-спектрометр с преобразованием Фурье в средней инфракрасной области спектра. В устройстве, пригодном для использования в данном методе, используют источник ИК-излучения, приставку нарушенного полного внутреннего отражения, сканирующий интерферометр, детектор, анало-

го-цифровой преобразователь, микропроцессор и приспособление для введения образца. Устройство должно иметь следующие технические характеристики:

- диапазон сканирования от 4000 до 650 $см^{-1}$;
- разрешение 4 $см^{-1}$.

7.1.2 Уровень шума определяют с помощью однолучевого спектра с использованием воздуха или азота. Полученный однолучевой спектр может быть средним из серии FTIR-сканирований, но общее время сбора данных не должно превышать 60 с. При наличии помех от водяного пара или углекислого газа прибор продувают сухим воздухом или азотом. Спектр сигнала шума при пропускании 100 % должен быть не более 0,3 % в области от 1765 до 1725 $см^{-1}$.

7.2 Поглощающая приставка

Приставка многократного нарушенного полного внутреннего отражения должна соответствовать одному из следующих требований.

7.2.1 Коническая приставка с нарушенным полным внутренним отражением (ATR), имеющая характеристики, приведенные в таблице 1. Такая приставка подходит для низких, средних и высоких диапазонов содержания FAME.

Таблица 1 — Технические характеристики конической приставки с нарушенным полным внутренним отражением (ATR приставка)

Параметр	Значение
Материал элемента ATR	ZnSe
Конденсорная оптическая система	Коническая нефокусирующая оптика, являющаяся частью приставки
Конфигурация элемента	Круглого сечения с соосными коническими концами
Полуугол при вершине конуса	60°
Длина элемента	От 36,83 до 39,37 мм (от 1,45 до 1,55 дюйма)
Диаметр элемента	3,175 мм (0,125 дюйма)
Угол падения излучения на поверхность образца	53,8°
Диапазон угла падения излучения, не более	±1,5°
Стандартное поглощение материала (полоса поглощения ацетона 1428 $см^{-1}$)	(0,38 ± 0,02) AU
Материал держателя элемента	Нержавеющая сталь 316
Уплотнение	Уплотнительное кольцо Chemrez или Kalrez[A)]
[A)] Торговые марки компаний Chemrez, Inc. и Dupont Performance Elastomers L.L.C.	

7.2.2 Горизонтальная приставка с нарушенным полным внутренним отражением (ATR приставка) с призмой из ZnSe, установленной на горизонтальной пластине. Поглощение при длине волны 1745 $см^{-1}$ не должно превышать 1,2 единицы оптической плотности для калибровочного стандарта максимальной концентрации, используемого в калибровочном наборе. Следовательно, для максимального увеличения чувствительности при измерении более высоких концентраций необходимо тщательное согласование длины элемента и угла падения при длине волны 1745 $см^{-1}$ для значения оптической плотности не более 1,2.

8 Реактивы и материалы

8.1 Чистота реактивов

Для испытаний используют реактивы квалификации для спектроскопии (предпочтительно) или квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, предполагается, что реактивы соответствуют спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества[2)]. Можно использовать реактивы другой квалификации при подтверждении их чистоты, обеспечивающей аналогичную точность определения.

[2)] Химические реактивы спецификации Американского химического общества, Американское химическое общество, Вашингтон, округ Колумбия. Предложения по испытанию реактивов, не указанных Американским химическим обществом, см. в Ежегодных стандартах на лабораторные реактивы, BDH Ltd., Пул, гр. Дорсет, Великобритания, и Фармакопее США и Национальном формуляре, США Конвенции по фармакопее, Inc (USPC), Роквилл, штат Мэриленд.

8.1.1 Базовое биодизельное топливо B100 (чистое базовое биодизельное топливо), используемое для калибровки, квалификации и стандартов контроля качества должно соответствовать ASTM D 6751. Базовое биодизельное топливо B100 должно состоять из метиловых эфиров жирных кислот. В качестве калибровочных стандартов для разработки прецизионности настоящего метода испытаний были использованы метиловые эфиры соевого масла (SME). Могут быть использованы сложные эфиры, полученные из другого сырья, например, животных жиров, масла канолы, масла ятрофы, пальмового масла, рапсового масла и желтого жира. Стандарты, приготовленные из метиловых эфиров желтого жира, должны составлять не более 50 % от общего количества калибровочных стандартов. Для обеспечения качества топлива рекомендуется выбирать изготовителя, имеющего сертифицированную на соответствие BQ-9000 систему менеджмента качества (см. приложение А2).

8.1.2 Среднедистиллятное топливо, используемое для калибровки, квалификации и в качестве стандартов контроля качества, должно соответствовать ASTM D 975 и не должно содержать базового биодизельного топлива и/или исходного сырья для базового биодизельного топлива. По возможности среднедистиллятное топливо должно быть представительным для нефтяных компонентов испытуемых смесей (сырая нефть, 1D, 2D, смеси, зимние/летние сорта, с низким содержанием ароматических соединений, с высоким содержанием ароматических соединений и т. п.). Калибровочный набор приведен в приложении А2.

8.1.3 Дизельное контрольное топливо с низким значением цетанового числа (DCCF-Low)[3)] (альтернативные вещества приведены в А2.2).

8.1.4 Дизельное контрольное топливо с высоким значением цетанового числа (DCCF-High).

8.1.5 Дизельное контрольное топливо с очень высоким значением цетанового числа (DCCF-Ultra High).

8.1.6 Ацетон (CAS № 67-64-1) квалификации ч. д. а.

8.1.7 Толуол (CAS № 108-88-3) квалификации ч. д. а.

8.1.8 Метанол [CAS № 67-56-1] квалификации ч. д. а.

8.1.9 Трехкомпонентный растворитель — смесь толуола, ацетона и метанола в равных частях по объему.

9 Отбор проб и обращение с пробами

9.1 Общие требования

9.1.1 Отбор проб — по ASTM D 4057 или ASTM D 4177. Не используют отбор проб вытеснением водой, поскольку FAME лучше растворяются в воде, чем нефтяное дизельное топливо, входящее в состав смеси биодизельного топлива.

9.1.2 Пробы до испытания хранят в прохладном месте.

9.1.3 Не следует испытывать пробы, хранившиеся в негерметичных контейнерах. При обнаружении протечек пробы утилизируют и отбирают новые.

9.2 Обращение с пробами во время анализа

9.2.1 При анализе проб с использованием FTIR температура пробы должна быть от 15 °С до 27 °С. Перед проведением испытаний образцы выдерживают при температуре окружающей среды (от 15 °С до 27 °С) до установления температурного равновесия.

9.2.2 При необходимости хранения пробы после проведения испытаний контейнер повторно герметично закрывают.

10 Калибровка и квалификационные испытания аппаратуры

10.1 Перед использованием прибор должен быть откалиброван в соответствии с процедурой, приведенной в приложении А1. Калибровку может проводить изготовитель прибора до поставки прибора. При проведении повторной калибровки прибора после технического обслуживания повторяют квалификационные испытания.

10.2 Перед использованием прибор подвергают квалификационным испытаниям по процедуре, изложенной в приложении А1. Квалификационные испытания проводят перед вводом прибора в эксплуатацию, после повторной калибровки или ремонта.

[3)] Единственным поставщиком материала, известным комитету в настоящее время, является Chevron Phillips Chemical Company LLC, 10001 Six Pines Drive, The Woodlands, TX 77380.

11 Проверка качества

11.1 Ежедневно подтверждают состояние статистического контроля метода путем измерения содержания FAME не менее, чем для одного образца контроля качества, состав и матрица которого аналогичны обычно анализируемым образцам. Подробная информация о выборе образца контроля качества, подготовке, проведении анализа и составлении контрольных карт приведена в ASTM D 6299.

11.2 Систему не используют, если она находится не в статистически контролируемом состоянии до выявления и устранена причин такого состояния.

11.3 Если для исправления статистически неконтролируемого состояния требуется ремонт или повторная калибровка прибора, перед использованием системы для анализа проводят квалификационные испытания прибора по приложению А1 (А1.3).

12 Проведение испытаний

12.1 Перед анализом образцы выдерживают до установления равновесия с температурой окружающей среды от 15 °С до 27 °С.

12.2 Очищают ячейку для образца от оставшегося топлива в соответствии с инструкцией изготовителя. Для обеспечения полной очистки промывают ячейку достаточным количеством растворителя или следующего образца. Для трудноудаляемых веществ, таких как базовое биодизельное топливо В100, ячейку сначала промывают тройным растворителем. Удаляют остаток растворителя сухим воздухом или азотом.

12.3 Записывают базовый спектр в порядке, установленном изготовителем оборудования.

12.4 Перед анализом неизвестных образцов убеждаются в нормальной работе оборудования измерением спектра стандарта(ов) контроля качества (QC) и сравнением полученной концентрации FAME с известным значением(ями) для QC. Промывают ячейку приставки ATR объемом стандарта QC, не менее чем в три раза превышающим объем ячейки.

12.5 Вводят в ячейку неизвестный образец в порядке, установленном изготовителем, промывая ячейку объемом неизвестного образца, в три раза превышающим объем ячейки.

Примечание 3 — Базовое биодизельное топливо и биодизельные смеси, содержащие высокие концентрации базового биодизельного топлива, трудно удалить с поверхности ячейки приставки ATR. Промывают ячейку несколько раз испытуемым образцом или растворителем между анализами образцов. При сомнениях повторяют процедуру по 12.5—12.7 и сравнивают результаты, чтобы убедиться в достаточности промывания.

12.6 Записывают спектр образца топлива.

12.6.1 Получают цифровые данные спектра для образца топлива в диапазоне волновых чисел от 4000 до 650 $см^{-1}$.

12.7 Определяют концентрацию FAME в объемных процентах в соответствии с калибровочной моделью, приведенной в приложении А1.

12.7.1 Ниже приведен порядок определения концентрации FAME с использованием калибровочных моделей, приведенных в приложении А1 (А1.2.4).

12.7.1.1 Определяют концентрации FAME в образце топлива с низким содержанием FAME (см. А1.2.4.1) к спектру в области от 1800 до 1692 $см^{-1}$ и от 1327 до 940 $см^{-1}$ без коррекции базовой линии.

12.7.1.2 Если вычисленная концентрация FAME по 12.7.1.1 равна или менее 10,00 % об., определяют концентрацию биодизельного топлива с применением калибровки в диапазоне низкой концентрации FAME (см. А1.2.4.1).

12.7.1.3 Если значение концентрации FAME, определенное по 12.7.1.2, более 10,00 % об., концентрацию FAME определяют с применением диапазона средней концентрации FAME (см. А1.2.4.2) к спектру в областях от 1800 до 1700 $см^{-1}$ и от 1399 до 931 $см^{-1}$ без коррекции базовой линии.

12.7.1.4 Если значение, полученное с использованием диапазона средней концентрации FAME по 12.7.1.3, равно или менее 10,50 % об., регистрируют значение как определенное с использованием диапазона низкой концентрации FAME (даже если значение более 10,5 % об.). Для значений более 10,50 % об. и равных или менее 30,00 % об. регистрируют значение, полученное по 12.7.1.3.

12.7.1.5 Если концентрация FAME, определенная по 12.7.1.4, более 31,00 % об., концентрацию FAME вычисляют с применением диапазона высокой концентрации FAME (см. А1.2.4.3) к спектру в областях от 1851 до 1670 $см^{-1}$ и 1371 до 1060 $см^{-1}$ без коррекции базовой линии.

12.7.1.6 Если значение, полученное на основе диапазона высокой концентрации FAME по 12.7.1.5, равно или менее 31,00 % об., регистрируют значение как определенное с применением диапа-

зона средней концентрации FAME (даже если значение более 31,00 % об.). Для значений более 31,00 % об. регистрируют значение, полученное по 12.7.1.5.

Примечание 4 — После использования ячейку тщательно очищают. При необходимости очищают ячейку от любых растворимых в воде веществ после предварительной чистки ацетоном. Вводят в ячейку 30 %-ный водный раствор спирта (этилового или метилового) и выдерживают не менее 1 ч. Затем промывают ячейку ацетоном и сушат. При очистке элементов из ZnSe не следует использовать кислоты или основания.

13 Вычисления

13.1 Вычисление содержания FAME в объемных процентах.

Содержание FAME в калибровочных и квалификационных стандартах V_b, % об., вычисляют по формуле

$$V_b = M_b \frac{D_f}{D_b}, \quad (1)$$

где M_b — содержание FAME, % масс.;

D_f — относительная плотность испытуемого калибровочного или квалификационного стандарта при температуре 15,56 °С, определенная по ASTM D 1298 или ASTM D 4052;

D_b — относительная плотность базового биодизельного топлива В100, использованного для приготовления испытуемого калибровочного или квалификационного стандарта, при температуре 15,56 °С, определенная по ASTM D 1298 или ASTM D 4052.

14 Протокол испытаний

14.1 Регистрируют следующую информацию.

14.1.1 Содержание базового биодизельного топлива в биодизельной смеси с точностью до 0,01 % об.

15 Прецизионность и смещение[4)]

15.1 Межлабораторные исследования проводились в 5 лабораториях с использованием 16 образцов, которые охватывали диапазон концентрации FAME от 1 % об. до 20 % об. Прецизионность, полученная при статистической обработке результатов межлабораторных исследований, приведена в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 — Повторяемость

В объемных процентах

Содержание FAME	Повторяемость
1,00	0,24
2,00	0,25
5,00	0,30
10,00	0,37
20,00	0,53
50,00	Не определяли
90,00	Не определяли
100,00	Не определяли

[4)] Подтверждающие данные хранятся в ASTM International Headquarters и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1624.

Таблица 3 — Воспроизводимость

В объемных процентах

Содержание FAME	Воспроизводимость
1,00	0,76
2,00	0,81
5,00	0,95
10,00	1,19
20,00	1,66
50,00	Не определяли
90,00	Не определяли
100,00	Не определяли

15.2 Повторяемость

Для содержания FAME от 1,00 % об. до 20,00 % об. в биодизельном топливе расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичных испытуемых образцах, в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превысить следующие значения только в одном случае из двадцати:

$$\text{повторяемость} = 0{,}01505\ (X + 14{,}905)\ \%\ \text{об.}, \qquad (2)$$

где X — вычисленное содержание FAME.

15.3 Воспроизводимость

Для содержания FAME от 1,00 % об. до 20,00 % об. расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичных испытуемых образцах в течение длительного периода времени при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превысить следующие значения только в одном случае из двадцати:

$$\text{воспроизводимость} = 0{,}04770\ (X + 4{,}905)\ \%\ \text{об.}, \qquad (3)$$

где X — вычисленное содержание FAME.

15.4 Смещение

Смещение не установлено, поскольку отсутствуют первичный эталонный материал с принятым опорным значением.

Приложения
(справочные)

А1 Калибровка и квалификация аппаратуры

А1.1 Калибровочная матрица

Калибровочные и валидационные стандарты должны быть приготовлены по ASTM D 4307 или ASTM D 5854 при необходимости пересчета для смесей большего объема. Используют компоненты, полностью соответствующие ASTM D 975 (нефтяное дизельное топливо) и ASTM D 6751 (базовое биодизельное топливо B100). Выбор компонентов смеси приведен в приложении А2.

А1.1.1 Калибровочные матрицы

Для получения лучшей прецизионности и точности калибровки с использованием PLS модели готовят три набора калибровочных биодизельных смесей, приведенных в таблице А1.1. Первый набор (набор А) содержит образцы с концентрацией FAME от 0,00 % об. до 10,00 % об. Второй набор (набор В) содержит образцы с концентрацией FAME от 10,00 % об. до 30,00 % об. Необязательный третий набор (набор С) содержит образцы с концентрацией FAME от 30,00 % об. до 100,00 % об.

Таблица А1.1 — Калибровочные наборы FAME A, B и C

Образец	Концентрация FAME, % об.	Растворитель (дизельное топливо)	Набор А	Набор В	Набор С
1	0,00	DCCF-Low	×	—	—
2	0,25	DCCF-Low	×	—	—
3	0,50	DCCF-Low	×	—	—
4	1,00	DCCF-Low	×	—	—
5	2,50	DCCF-Low	×	—	—
6	5,00	DCCF-Low	×	—	—
7	7,50	DCCF-Low	×	—	—
8	10,00	DCCF-Low	×	×	—
9	12,50	DCCF-Low	—	×	—
10	15,00	DCCF-Low	—	×	—
11	17,50	DCCF-Low	—	×	—
12	20,00	DCCF-Low	—	×	—
13	25,00	DCCF-Low	—	×	—
14	30,00	DCCF-Low	—	×	×
15	50,00	DCCF-Low	—	—	×
16	70,00	DCCF-Low	—	—	×
17	80,00	DCCF-Low	—	—	
18	90,00	DCCF-Low	—	—	
19	95,00	DCCF-Low	—	—	×
20	97,00	DCCF-Low	—	—	×
21	99,00	DCCF-Low	—	—	×
22	99,80	DCCF-Low	—	—	×
23	0,00	DCCF-High	×	—	—
24	0,25	DCCF-High	×	—	—
25	0,50	DCCF-High	×	—	—

Продолжение таблицы А1.1

Образец	Концентрация FAME, % об.	Растворитель (дизельное топливо)	Набор А	Набор В	Набор С
26	1,00	DCCF-High	×	—	—
27	2,50	DCCF-High	×	—	—
28	5,00	DCCF-High	×	—	—
29	7,50	DCCF-High	×	—	—
30	10,00	DCCF-High	×	×	—
31	12,50	DCCF-High	—	×	—
32	15,00	DCCF-High	—	×	—
33	17,50	DCCF-High	—	×	—
34	20,00	DCCF-High	—	×	—
35	25,00	DCCF-High	—	×	—
36	30,00	DCCF-High	—	×	×
37	50,00	DCCF-High	—	—	×
38	70,00	DCCF-High	—	—	×
39	80,00	DCCF-High	—	—	×
40	90,00	DCCF-High	—	—	×
41	95,00	DCCF-High	—	—	×
42	97,00	DCCF-High	—	—	×
43	99,00	DCCF-High	—	—	×
44	99,80	DCCF-High	—	—	×
45	0,00	DCCF-Ultra High	×	—	—
46	0,25	DCCF-Ultra High	×	—	—
47	0,50	DCCF-Ultra High	×	—	—
48	1,00	DCCF-Ultra High	×	—	—
49	2,50	DCCF-Ultra High	×	—	—
50	5,00	DCCF-Ultra High	×	—	—
51	7,50	DCCF-Ultra High	×	—	—
52	10,00	DCCF-Ultra High	×	×	—
53	12,50	DCCF-Ultra High	—	×	—
54	15,00	DCCF-Ultra High	—	×	—
55	17,50	DCCF-Ultra High	—	×	—
56	20,00	DCCF-Ultra High	—	×	—
57	25,00	DCCF-Ultra High	—	×	—
58	30,00	DCCF-Ultra High	—	×	×
59	50,00	DCCF-Ultra High	—	—	×
60	70,00	DCCF-Ultra High	—	—	×
61	80,00	DCCF-Ultra High	—	—	×
62	90,00	DCCF-Ultra High	—	—	×
63	95,00	DCCF-Ultra High	—	—	×
64	97,00	DCCF-Ultra High	—	—	×
65	99,00	DCCF-Ultra High	—	—	×
66	99,80	DCCF-Ultra High	—	—	×

Окончание таблицы А1.1

Образец	Концентрация FAME, % об.	Растворитель (дизельное топливо)	Набор А	Набор В	Набор С
67	Изготовитель 1, 100,00	—	—	—	×
68	Изготовитель 2, 100,00	—	—	—	×
69	Изготовитель 3, 100,00	—	—	—	×
70	Изготовитель 4, 100,00	—	—	—	×

А1.1.2 Измеряют плотность каждого смешиваемого компонента и калибровочных стандартов по ASTM D 1298 или ASTM D 4052.

А1.1.3 Для каждого калибровочного стандарта пересчитывают концентрацию биодизельного топлива из массовых процентов в объемные по формуле (1).

А1.2 Калибровка

А1.2.1 Прибор калибруют по ASTM E 1655, который является руководством по многомерной калибровке инфракрасных спектрометров, используемых при определении физических свойств нефтепродуктов и нефтехимической продукции. В ASTM E 1655 приведена процедура обработки данных, калибровки и квалификации прибора.

А1.2.2 Перед проведением испытания выдерживают образцы при температуре окружающей среды (от 15 °С до 27 °С) до установления равновесия. Наполняют ячейку приставки калибровочными стандартами по ASTM E 168 или в соответствии с инструкцией изготовителя прибора.

А1.2.3 Для каждого калибровочного стандарта получают данные спектра в цифровой форме в области частот от 4000 до 650 $см^{-1}$. Инфракрасный спектр представляет собой отрицательный логарифм отношения однолучевого инфракрасного Фурье спектра образца и однолучевого ИК Фурье спектра сухого воздуха (или азота).

А1.2.4 Проводят две отдельные калибровки по методу частных наименьших квадратов (PLS), при необходимости проводят третью калибровку.

А1.2.4.1 Первую калибровку в диапазоне низких концентраций FAME (от 0 % об. до 10,00 % об.), проводят с использованием спектров, полученных на образцах из калибровочного набора А, приведенного в таблице А1.1. Эта калибровка устанавливает взаимосвязь спектра с концентрацией FAME в объемных процентах. Используют данные в областях от 1800 до 1692 $см^{-1}$ и от 1327 до 940 $см^{-1}$ для проведения калибровки в диапазоне низких концентраций FAME без коррекции базовой линии. При разработке модели используют способ центрирования и трех скрытых переменных (коэффициента).

Примечание А1.1 — Если для конкретного прибора или типа устройства анализ независимой проверки по ASTM E 1655 показывает, что модель, основанная на четырех скрытых переменных, обеспечивает более низкую стандартную ошибку проверки, чем модель на основании трех скрытых переменных, то можно использовать модели, основанные на четырех скрытых переменных. Причина использования четырех скрытых переменных должна быть документирована.

А1.2.4.2 Вторую калибровку в диапазоне средней концентрации FAME (от 10,00 % об. до 30,00 % об.), проводят с использованием спектров, полученных на всех образцах калибровочного набора В, приведенного в таблице А1.1. Эта калибровка устанавливает взаимосвязь спектра с концентрацией FAME в объемных процентах. Используют данные в областях от 1800 до 1700 $см^{-1}$ и 1399 до 931 $см^{-1}$ для проведения калибровки в диапазоне средней концентрации FAME без коррекции базовой линии. При разработке модели используют способ центрирования и трех скрытых переменных (коэффициента).

А1.2.4.3 Третью калибровку (необязательную) в диапазоне высокой концентрации FAME (от 30,00 % об. до 100,00 % об.) проводят с использованием спектров, полученных на всех образцах калибровочного набора С, приведенного в таблице А1.1. Эта калибровка также устанавливает взаимосвязь спектра с концентрацией FAME в объемных процентах. Используют данные в областях от 1851 до 1670 $см^{-1}$ и от 1371 до 1060 $см^{-1}$ для проведения калибровки в диапазоне высокой концентрации FAME без коррекции базовой линии. При разработке модели используют способ центрирования и трех скрытых переменных (коэффициента). Эта модель калибровки не является обязательной, и ее использование может быть ограничено используемым вспомогательным приспособлением для приставки.

Примечание А1.2 — Если для конкретного прибора или типа устройства анализ независимой проверки по ASTM E 1655 показывает, что модель, основанная на четырех скрытых переменных, обеспечивает более низкую стандартную ошибку проверки, чем модель на основании трех скрытых переменных, то можно использовать модели, основанные на четырех скрытых переменных. Причина использования четырех скрытых переменных должна быть документирована.

А1.3 Квалификация работы прибора

После проведения калибровки каждый калиброванный прибор квалифицируют, чтобы убедиться в точности и достоверности определения концентрации FAME в присутствии соединений, типичных для топлива для двигателей с воспламенением от сжатия, которые в типичных концентрациях вызывают спектральные помехи. Квалификацию прибора проводят только после первичного ввода в эксплуатацию, калибровки или ремонта.

А1.3.1 Подготовка квалификационных образцов

Готовят многокомпонентные квалификационные стандарты биодизельных смесей по массе в соответствии с ASTM D 4307 (или пересчитывают для смесей большего объема) или по ASTM D 5854 при необходимости. Эти стандарты должны быть аналогичны, но не идентичны установленным смесям калибровочного набора, используемого при калибровке. Готовят квалификационные образцы так, чтобы варьировать концентрацию биодизельной смеси и мешающих компонентов в диапазоне, который включает не менее 95 % диапазона калибровочных стандартов. Рекомендуемое количество стандартов установлено в ASTM E 2056 и обычно в три раза превышает число независимых переменных в калибровочном уравнении. Для трехкомпонентной модели PLS требуется не менее 20 квалификационных стандартов.

А1.3.2 Получение данных квалификации

Для каждого квалификационного стандарта измеряют по разделу 12 настоящего стандарта концентрацию FAME в объемных процентах. Соответствие работы прибора установленным требованиям определяют по ASTM E 2056.

А1.3.3 Процедура квалификации калибровки

Вычисляют среднеквадратическую ошибку квалификации SEQ нижеследующим образом.

А1.3.3.1 Вычисляют среднеквадратическую ошибку квалификации SEQ по формуле

$$SEQ = \sqrt{\sum_{i=1}^{q} \frac{(\hat{y}_i - y_i)^2}{q}}, \quad (A1.1)$$

где q — количество квалификационных смесей;

$\hat{y}_i$ — определенная концентрация FAME в i-м квалификационном образце;

y_i — концентрация FAME в i-м квалификационном образце.

А1.3.3.2 Если SEQ меньше PSEQ (суммарная среднеквадратичная ошибка квалификации приборов для круговых исследований), то прибор квалифицирован для выполнения испытаний.

А1.3.3.3 Если SEQ больше PSEQ, вычисляют значение F путем деления квадрата SEQ на квадрат PSEQ. Сравнивают значения F с критическим значением F для числа степеней свободы q в числителе и числа степеней свободы DOF(PSEQ) в знаменателе. Значения PSEQ и DOF(PSEQ) приведены в таблице А1.2, а критические значения F — в таблице А1.3.

Таблица А1.2 — Суммарная стандартная ошибка квалификации

Наименование	Калибровка
PSEQ	0,21
DOF(PSEQ)	56

Таблица А1.3 — Критические значения F

Число степеней свободы q (числитель, SEQ)	Критическое значение F	Число степеней свободы q (числитель, SEQ)	Критическое значение F
20	1,76	25	1,70
21	1,75	30	1,66
22	1,74	35	1,63
23	1,72	40	1,61
24	1,71		

А1.3.3.4 Если значение *F* менее или равно критическому значению *F* по таблице А1.3, прибор квалифицирован для выполнения испытаний.

А1.3.3.5 Если значение *F* более критического значения *F* по таблице А1.3, то прибор не соответствует квалификационным требованиям для выполнения испытаний.

А2 Выбор базового биодизельного топлива В100 и дизельного топлива для калибровочных и квалификационных образцов

А2.1 Базовое биодизельное топливо В100 для калибровки и квалификации

Опыт показал, что базовые биодизельные топлива (FAME), изготовленные из разных базовых материалов, имеют очень похожие оптические плотности в спектральной области, используемой в настоящем методе испытаний. Прецизионность настоящего метода установлена с использованием базового биодизельного топлива на основе сои для калибровочных и квалификационных стандартов.

В исследовательском отчете ASTM RR:D02-1624 (см. сноску[4)]) показано, что метиловые эфиры другого сырья (животного жира, масла канолы, масла ятрофы, пальмового масла, рапсового масла и желтого жира) очень похожи на метиловые эфиры соевого масла (SME), из них наиболее отличаются метиловые эфиры желтого жира (YGME). Образцы YGME входили в набор для межлабораторных исследований, поэтому YGME могут быть приемлемым материалом для калибровочных стандартов при условии, что количество калибровочных стандартов с метиловым эфиром желтого жира не превышает количество большинства стандартов. Базовое биодизельное топливо В100 должно соответствовать требованиям ASTM D 6751. Для обеспечения качества топлива рекомендуется выбирать изготовителя, имеющего сертифицированную систему менеджмента качества на соответствие стандарту BQ 9000. В качестве калибровочных и квалификационных стандартов следует использовать только метиловые эфиры. Этиловые эфиры жирных кислот (FAEE) для калибровочных стандартов не используют. Для определения влияния наличия других эфиров (не метиловых) в калибровочных стандартах на результаты анализа FAME методом настоящего стандарта необходимо проведение дополнительных исследований.

А2.2 Дизельное топливо для калибровки и квалификации

Для приготовления наборов калибровочных и квалификационных стандартов предпочтительными являются промышленные сертифицированные дизельные топлива с низким, высоким и сверхвысоким значением цетанового индекса. Используют для калибровочных и квалификационных наборов дизельное топливо трех видов: с низким, высоким и сверхвысоким значением цетанового индекса (см. сноску[3)]) и/или следующее топливо.

А2.2.1 Дизельное топливо с низким цетановым индексом (с высоким содержанием ароматических соединений)

Дизельное топливо с низким или очень низким содержанием серы (ULSD) и содержанием ароматических соединений не менее 34 % об. (или с цетановым индексом не более 42 по ASTM D 976 или цетановым индексом не более 41 по ASTM D 4737, метод В).

А2.2.2 Заменяющее дизельное топливо с высоким цетановым индексом

Дизельное топливо с низким или очень низким содержанием серы и цетановым индексом 46—48 по ASTM D 4737, метод В.

А2.2.3 Дизельное топливо со сверхвысоким цетановым индексом (с низким содержанием ароматических соединений)

Дизельное топливо с низким или очень низким содержанием серы и содержанием ароматических соединений менее 22 % об. или с цетановым индексом не менее 51 по ASTM D 976 или ASTM D 4737, метод А или В.

Примечание А2.1 — Целью является изменение содержания ароматических соединений в дизельном топливе, используемом в калибровочном наборе. Естественно низкое цетановое число (без присадок, повышающих цетановое число) характерно для топлива с высоким содержанием ароматических соединений. Именно по этой причине нормируют вычисляемый цетановый индекс, а не цетановое число.

А3 Спектры

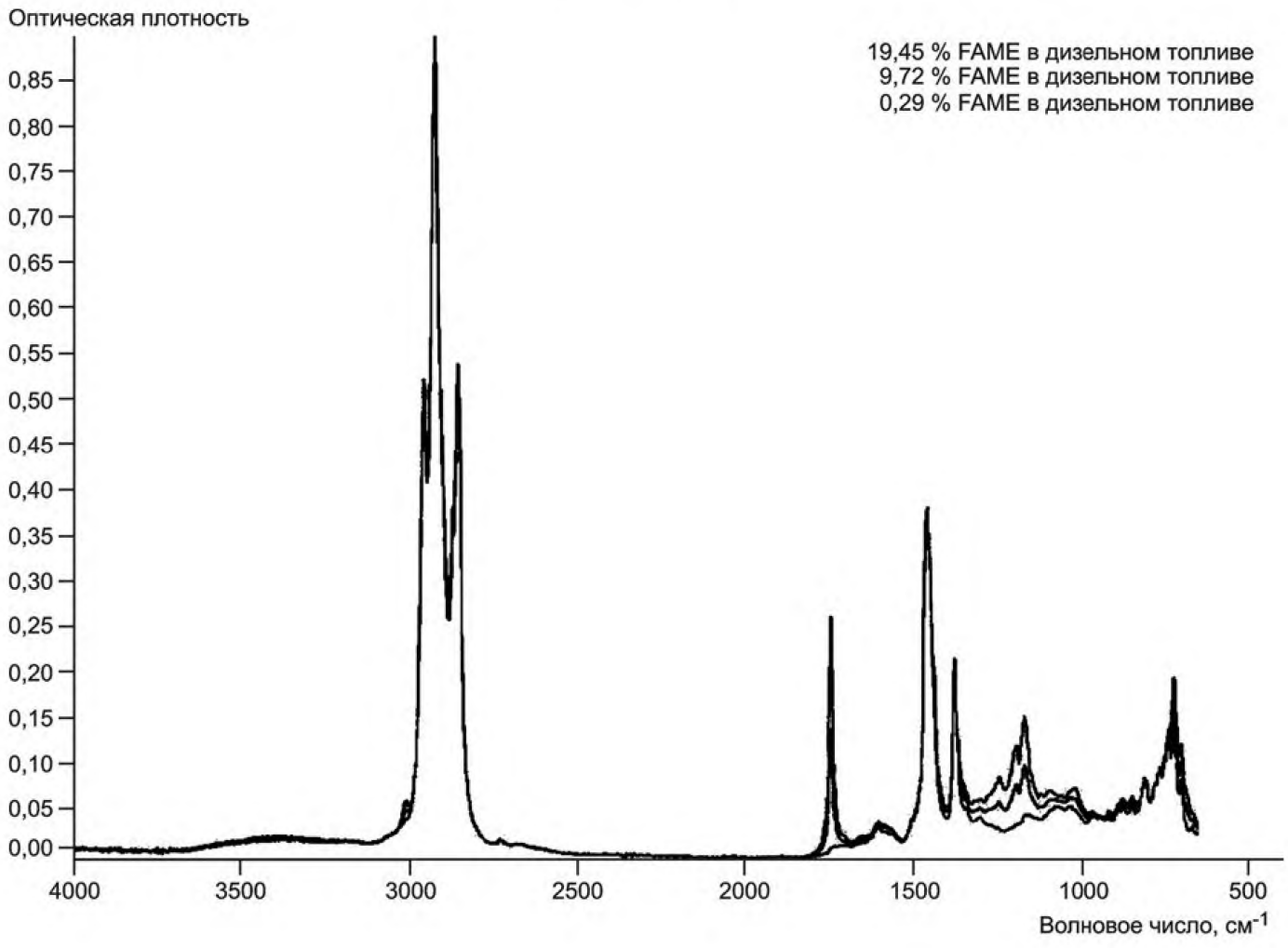

Рисунок А3.1 — Спектры дизельного топлива с содержанием FAME 0,29 %, 9,72 % и 19,45 % (полная область)

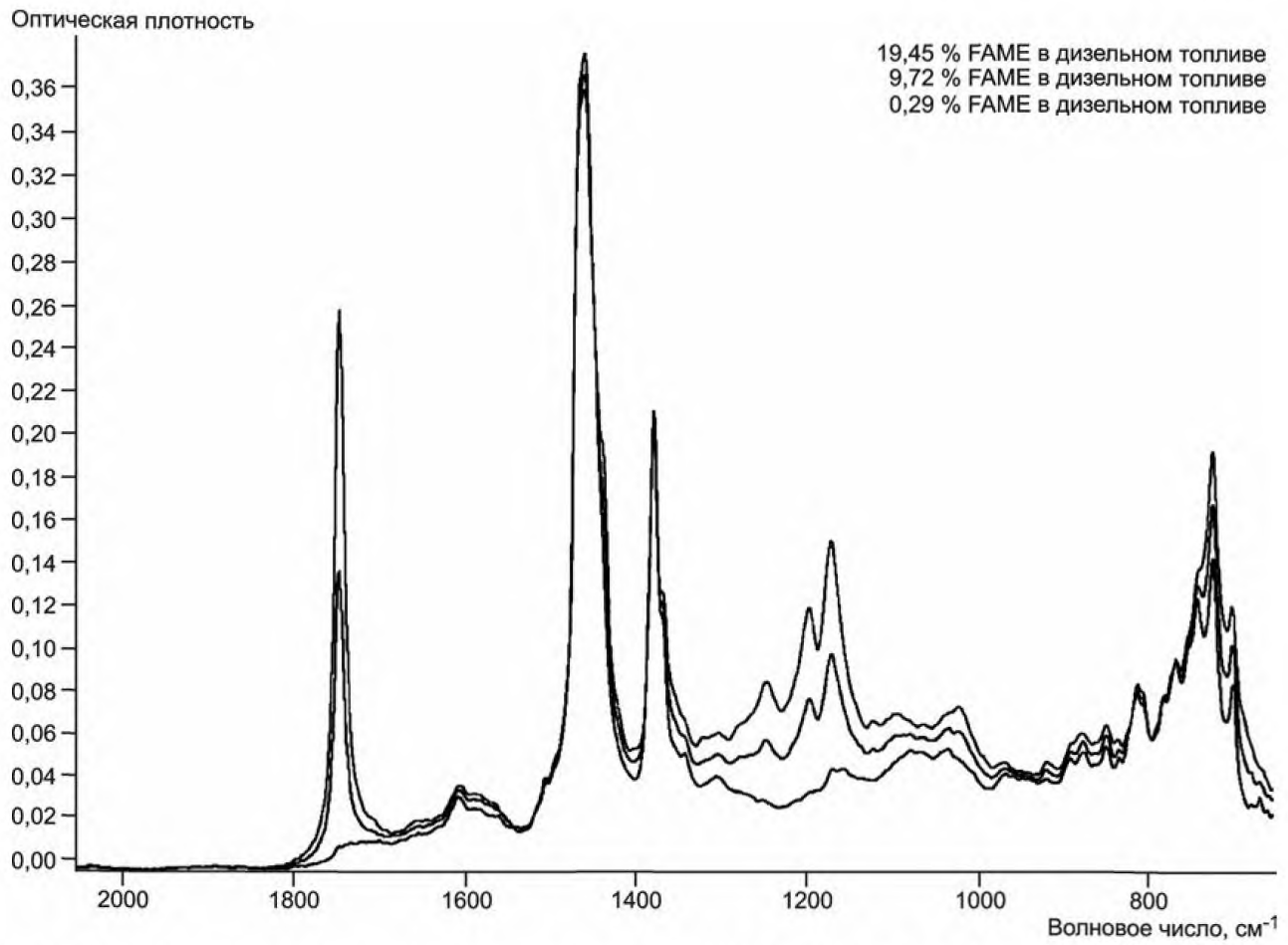

Рисунок А3.2 — Спектры дизельного топлива с содержанием FAME 0,29 %, 9,72 % и 19,45 % (области 1 и 2)

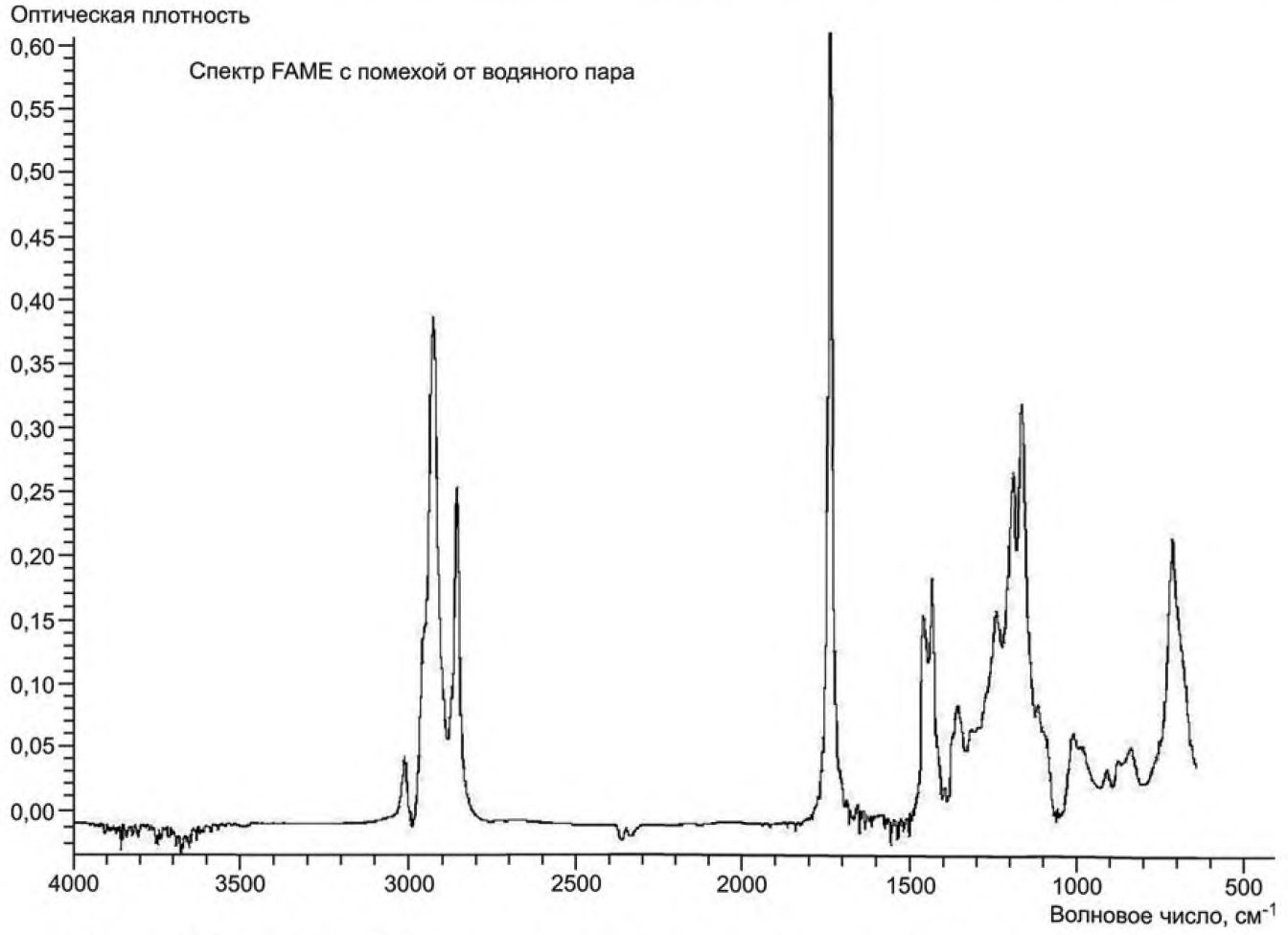

Рисунок А3.3 — Спектр FAME с избыточными помехами от водяного пара (полная область)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 975—13 Стандартная спецификация на дизельные топлива	—	*
ASTM D 976—11 Стандартный метод вычисления цетанового индекса дистиллятных топлив	—	*
ASTM D 1298—12b Стандартный метод определения плотности, относительной плотности (удельного веса) или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром	—	*
ASTM D 4052—11 Стандартный метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API жидкостей цифровым плотномером	—	*
ASTM D 4057—11 Стандартная практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов	—	*
ASTM D 4177—10 Стандартная практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов	—	*
ASTM D 4307—10 Стандартная практика приготовления жидких смесей для использования в качестве аналитических стандартов	—	*
ASTM D 4737—10 Стандартный метод расчета цетанового индекса по уравнению с четырьмя переменными	—	*
ASTM D 5854—10 Стандартная практика смешивания и обработки жидких проб нефти и нефтепродуктов	—	*
ASTM D 6299—10e2 Стандартная практика применения статистических методик обеспечения качества и контрольных диаграмм для оценки производительности системы аналитического измерения	—	*
ASTM D 6751—12 Стандартная спецификация на базовую смесь биодизельного топлива (B100) для среднедистиллятных топлив	—	*
ASTM D 7467—13 Стандартная спецификация на нефтяное дизельное топливо, смесь биодизельного топлива (от B6 до B20)	IDT	ГОСТ 33131—2014 Смеси биодизельного топлива (B6—B20). Технические требования
ASTM E 168—06 Стандартные практики общих методов инфракрасного количественного анализа	—	*
ASTM E 1655—12 Стандартные практики инфракрасного многомерного количественного анализа	—	*

Окончание таблицы ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM E 2056—10 Стандартная практика квалификации спектрометров и спектрофотометров для использования в многомерном анализе, калиброванных с помощью суррогатных смесей	—	*

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

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

IDT — идентичный стандарт.

УДК 665.753.4:543.635: 543.422.3-74:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: смеси биодизельного топлива, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), спектроскопия в средней инфракрасной области, метод FTIR-ATR-PLS

Редактор *А.А. Бражников*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 07.08.2015. Подписано в печать 18.09.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,15. Тираж 36 экз. Зак. 3004.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru