ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 14538— 2009

Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ Ca, K, Mg И Na МЕТОДОМ ОПТИЧЕСКОЙ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ (ICP OES)

EN 14538:2006
Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of Ca, K, Mg and Na content by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES)
(IDT)

Издание официальное

БЗ 2—2009/696

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 929-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 14538:2006 «Производные жиров и масел. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение содержания Ca, K, Mg и Na методом оптико-эмиссионного спектрального анализа с индуктивно связанной плазмой (ICP OES)» (EN 14538:2006 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of Ca, K, Mg and Na content by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES)»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных региональных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении А

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2010

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 2
7 Приготовление калибровочных растворов и раствора для холостого опыта 3
8 Калибровка 3
9 Проведение испытания 4
10 Обработка результатов 4
11 Представление результатов 4
12 Прецизионность 4
13 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Производные жиров и масел.
Метиловые эфиры жирных кислот (FAME)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ Ca, K, Mg И Na МЕТОДОМ ОПТИЧЕСКОЙ ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ (ICP OES)

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME). Determination of Ca, K, Mg and Na content by optical emission spectral method with inductively coupled plasma (ICP OES)

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение содержания кальция (Ca), магния (Mg), натрия (Na) и калия (K), которые являются компонентами мыла, методом оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP OES) в диапазоне от 1 до 10 мг/кг в метиловых эфирах жирных кислот (FAME).

2 Нормативные ссылки

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

ЕН ИСО 3170 Нефтяные жидкости. Ручной отбор проб (ИСО 3170:2004)

ЕН ИСО 3171 Нефтяные жидкости. Автоматический отбор проб из трубопроводов (ИСО 3171:1988)

3 Сущность метода

Точно взвешенную испытуемую порцию образца разбавляют керосином в массовом соотношении 1:1. Полученный в результате разбавления раствор вводят в плазму ICP OES спектрометра. Для справочных целей и калибровки используют калибровочные образцы с известным содержанием элементов в диапазоне от 0,5 до 10 мг/кг. Фиксируют суммарное содержание кальция и магния и суммарное содержание натрия и калия.

4 Реактивы

Используют реактивы только аналитических классов, за исключением специально оговоренных случаев.

4.1 Парафиновое (вазелиновое) масло с низкой вязкостью, Фармакопея (EUPHARM EP5), например Merck 107174.

4.2 Керосин с интервалом кипения от 150 °С до 325 °С, например Aldrich 32.946-0.

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

Издание официальное

4.3 Стандартные масляные растворы элементов с массовой долей каждого элемента, равной 500 мг/кг. Доступны стандартные растворы каждого элемента в отдельности, например такие, как Merck 115053 (Ca), 115057 (Mg), 115054 (K) и 115058 (Na), или в крайнем случае как многоэлементные стандартные растворы (например Spex).

4.4 Аргон чистотой не менее 99,996 % об.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и стеклянная посуда, а также следующее оборудование.

5.1 Бутыли с крышкой вместимостью 100 $см^3$, предпочтительно из полиэтилена (ПЭ) коричневого цвета.

5.2 Бутыли с крышкой вместимостью 250 $см^3$, предпочтительно из полиэтилена (ПЭ) коричневого цвета.

Примечание — Для того, чтобы свести к минимуму загрязнение растворов, рекомендуется готовить все используемые растворы в полиэтиленовых бутылях. Нельзя дотрагиваться до поверхностей, контактирующих с рабочими растворами. Перед использованием новой стеклянной посуды она должна быть наполнена водой, не содержащей натрия, и оставлена на два дня для того, чтобы удалить растворимый натрий. Эта процедура особенно важна при определении натрия и/или калия.

5.3 ICP OES-спектрометр

5.3.1 Общие положения

Используют ICP OES-спектрометры (синхронные приборы или приборы с последовательным определением), предназначенные для анализа органических жидкостей. Настройка спектрометра ICP OES и работа на нем должны выполняться в соответствии с руководством по эксплуатации от производителя прибора.

Примечание 1 — В зависимости от типа и конструкции ICP OES-спектрометра (радиальный, аксиальный, детекторно-чувствительный и т.д.) может возникнуть необходимость в выборе длин волн, отличающихся от приведенных ниже. В таких случаях рекомендуется особый подбор параметров прибора и, по возможности, оптимальное разбавление растворов (9.1).

Примечание 2 — Калибровочные растворы с содержанием элементов 1 мг/кг (7.4) можно использовать для проверки правильности работы прибора.

5.3.2 Длины волн, рекомендуемые для кальция и магния

Для анализа рекомендуются следующие длины волн, дающие, как установлено из практики, минимальную интерференцию:

кальций — 422,673 нм;

магний — 279,553 нм.

В зависимости от оптической конфигурации ICP OES-спектрометра могут быть выбраны также специальные длины волн, например: 317,933; 393,366 или 396,847 нм — для кальция и 285,213 нм — для магния, если они свободны от интерференции (5.3.1, примечание 1).

5.3.3 Длины волн, рекомендуемые для натрия и калия

Для анализа рекомендуются следующие длины волн, дающие, как установлено из практики, минимальную интерференцию (5.3.1, примечание 1):

натрий — 588,995 или 589,592 нм;

калий —769,897 или 766,490 нм.

6 Отбор проб

Отбор проб следует проводить в соответствии с ЕН ИСО 3170 или ЕН ИСО 3171, или требованиями национальных стандартов, или указаний по отбору проб дизельных топлив для двигателей внутреннего сгорания. Можно использовать бутыли из пластика (ПЭ или ПТФЭ).

7 Приготовление калибровочных растворов и раствора для холостого опыта

7.1 Общие положения

Перед использованием стандартные масляные растворы элементов (4.3) интенсивно встряхивают для того, чтобы достигнуть гомогенности.

Массы растворов, приведенные в 7.3 — 7.6, обусловлены регламентированным содержанием каждого элемента, равным 500 мг/кг, в стандартных масляных растворах (4.3). Рассчитывают точные концентрации элементов для калибровочных растворов, принимая во внимание точность взвешивания. Все приготовленные растворы должны быть гомогенизированы интенсивным встряхиванием.

Примечание 1 — Растворы, используемые для калибровки, должны быть свежеприготовленными. Если это невозможно, то образцы необходимо стабилизировать с использованием соответствующего малого количества стабилизирующего агента, такого как 2-этилкапроновая кислота, которая должна быть исследована на отсутствие определяемых элементов. Результаты проведения ежедневных анализов показывают, что такие стабилизированные растворы могут быть пригодны для использования в течение 14 дней. Очевидным является то, что калибровочный раствор (7.3) недостаточно стабилен, поэтому настоятельно рекомендуется готовить свежие растворы для каждой новой калибровки.

Примечание 2 — Коэффициенты разбавления (КР) для холостого раствора, калибровочных растворов и растворов образцов должны быть выбраны так, чтобы вязкости полученных растворов были близкими.

7.2 Холостой раствор

Примерно 30 г парафинового масла (4.1) взвешивают с точностью 0,01 г в бутыли из ПЭ (5.2) вместимостью 250 $см^3$, добавляют керосин (4.2) до общей массы раствора, равной 100 г, с точностью 0,01 г.

7.3 Калибровочный раствор с номинальным содержанием элемента 0,5 мг/кг

Для каждого элемента взвешивают примерно 0,1 г стандартного раствора (4.3) с точностью 0,0001 г и помещают в бутыли из ПЭ (5.2) вместимостью 250 $см^3$. Затем добавляют примерно 30 г парафинового масла с точностью 0,01 г и керосин (4.2) до общей массы раствора, равной 100 г, с точностью 0,01 г.

При использовании особое внимание должно быть уделено калибровочным растворам, так как они менее стабильны по сравнению с остальными.

7.4 Калибровочный раствор с номинальным содержанием элемента 1 мг/кг

Для каждого элемента взвешивают примерно 0,2 г стандартного раствора (4.3) с точностью 0,0001 г и помещают в бутыли из ПЭ (5.2) вместимостью 250 $см^3$. Затем добавляют 30 г парафинового масла с точностью 0,01 г и керосин (4.2) до общей массы раствора, равной 100 г, с точностью 0,01 г.

7.5 Калибровочный раствор с номинальным содержанием элемента 5 мг/кг

В бутыли из ПЭ (5.2) вместимостью 250 $см^3$ для каждого элемента помещают примерно 1 г стандартного раствора (4.3) с точностью 0,0001 г. Затем добавляют примерно 30 г парафинового масла с точностью 0,01 г и керосин (4.2) до общей массы раствора, равной 100 г, с точностью 0,01 г.

7.6 Калибровочный раствор с номинальным содержанием элемента 10 мг/кг

Для каждого элемента примерно 2 г стандартного раствора (4.3) взвешивают с точностью 0,0001 г и помещают в бутыли из ПЭ (5.2) вместимостью 250 $см^3$. Затем добавляют 30 г парафинового масла с точностью 0,01 г и керосин (4.2) до общей массы раствора, равной 100 г, с точностью 0,01 г.

8 Калибровка

8.1 Общие положения

Установку и проверку ICP OES-спектрометра осуществляют в соответствии с инструкцией производителя. Перед испытанием продукта должна быть установлена индивидуальная для каждого элемента калибровочная функция.

8.2 Калибровка

Калибровку ICP OES-спектрометра выполняют путем измерения холостого (7.2) и калибровочных растворов (7.3 — 7.6). Для определения элементов рекомендуется использовать длины волн, приведенные в 5.3. Важно заметить, что длины волн, используемые при калибровке, должны точно соответствовать длинам волн, используемым при испытании продукта.

Для каждого элемента строят калибровочную кривую с использованием линейной регрессии с концентрацией в качестве независимой переменной (ось X) и величиной импульса в качестве зависимой переменной (ось Y). Это может быть сделано как вручную, так и с использованием компьютера. Калибровочная кривая должна иметь вид в соответствии со следующей формулой

$$Y = m + X + b, \quad (1)$$

где m — угловой коэффициент;

b — точка пересечения линии регрессии с осью Y.

8.3 Проверка калибровки

Калибровочные кривые должны проверяться через определенные промежутки времени. На практике не менее двух точек каждой калибровочной кривой проверяют каждый день. Если результаты этой проверки отличаются от результатов калибровки на значение большее, чем значение повторяемости (12.1), то строят новую калибровочную кривую.

9 Проведение испытания

9.1 Подготовка образца

Образец тщательно перемешивают, добиваясь его гомогенности. Взвешивают приблизительно 10 г образца с точностью 0,001 г в бутыли из PE (5.1) вместимостью 100 см^3 и разбавляют керосином (4.2), доводя общую массу раствора до 20 г с точностью 0,001 г. Рассчитывают точную концентрацию, принимая во внимание точные массы. Конечную смесь тщательно гомогенизируют перемешиванием. Рассчитывают точное значение коэффициента разбавления (7.1, примечание 2), которое должно быть равно 2,000 (20,000 г/10,000 г), и используют для расчетов в разделе 10.

Примечание — Причиной, по которой в настоящем подразделе используют указанное количество керосина вместо парафинового масла, применяемого для калибровочных растворов, является стремление свести к минимуму различия растворов по вязкости.

9.2 Испытание

Анализ кальция, магния, натрия и калия проводят в соответствии с инструкцией производителя ICP OES-спектрометра с использованием длин волн, указанных в 5.3. Для измерения натрия и калия настоятельно рекомендуется снимать не менее трех показаний независимых аспираций (вводов) образца, среднеарифметическое значение которых используют как единичное определение.

10 Обработка результатов

Содержание каждого рассматриваемого элемента рассчитывают из результирующих импульсов, используя обратную функцию калибровки и принимая во внимание КР, фактически используемый при измерении. Это может быть сделано как вручную, так и с использованием соответствующих функций программного обеспечения ICP OES-спектрометра. Суммарное содержание кальция и магния и суммарное содержание натрия и калия рассчитывают из неокругленных значений содержания соответствующих отдельных элементов. Когда содержание одного элемента ниже области применения метода (< 1 мг/кг), содержание элемента не учитывают при расчете суммы.

11 Представление результатов

Результаты суммарного содержания кальция и магния, натрия и калия должны быть выражены в миллиграммах на килограмм и округлены до десятых долей.

12 Прецизионность

12.1 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя результатами испытания, полученными при использовании одного и того же метода испытания на идентичном испытуемом материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в короткий временной промежуток, может превышать значения, рассчитанные по следующим формулам, только в одном случае из двадцати:

$$\text{Ca + Mg} \qquad r = 0{,}023X + 0{,}271; \quad (2)$$

$$\text{Na + K} \qquad r = 0{,}020X + 0{,}193, \quad (3)$$

где X — среднее значение двух результатов.

12.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя независимыми единичными результатами испытания, полученными при использовании одного и того же метода испытания на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, может превышать значения, рассчитанные по следующим формулам, только в одном случае из двадцати:

$$Ca + Mg \qquad R = 0{,}149X + 1{,}186; \tag{4}$$

$$Na + K \qquad R = 0{,}191X + 0{,}941, \tag{5}$$

где X — среднее значение двух результатов.

13 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб (раздел 6);
- полученные результаты испытания (раздел 11);
- все детали операции, не описанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как незначительные, вместе с деталями любых случайностей, которые могут повлиять на результаты испытаний;
- дату испытаний.

Приложение А
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам

Таблица А.1

Обозначение ссылочного регионального стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ЕН ИСО 3170	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб; ГОСТ Р 52659—2006 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб
ЕН ИСО 3171	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 67.200.10 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: производные жиров и масел, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), Ca, K, Mg, Na, метод оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP OES)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 05.03.2010. Подписано в печать 26.03.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 131 экз. Зак. 213.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru