ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р ЕН 14109— 2009**

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

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

**EN 14109:2003**
**Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of potassium content by atomic absorption spectrometry (IDT)**

**Издание официальное**

БЗ 2—2009/697

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. № 928-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 14109:2003 «Производные жиров и масел. Сложные метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Определение содержания калия методом атомно-абсорбционной спектрометрии» (EN 14109:2003 «Fat and oil derivatives — Fatty acid methyl esters (FAME) — Determination of potassium content by atomic absorption spectrometry»).

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

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 Сущность метода . . . . . 1
3 Реактивы . . . . . 1
4 Аппаратура . . . . . 2
5 Проведение испытаний . . . . . 2
6 Обработка результатов . . . . . 3
7 Прецизионность . . . . . 4
8 Протокол испытаний . . . . . 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . . . 5
Приложение В (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам . . . . . 6
Библиография . . . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Fat and oil derivatives. Fatty acid methyl esters (FAME).
Determination of potassium content by atomic absorption spectrometry

**Дата введения — 2011—01—01**

## 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии для определения содержания калия, равного или более 0,5 мг/кг.

1.2 Настоящий метод применим к метиловым эфирам жирных кислот, предназначенным для добавления к нефтепродуктам (нефтяным топливам, минеральным маслам).

**Предупреждение** — Применение настоящего стандарта связано с использованием в процессе определения опасных материалов, операций и оборудования. 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 персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

## 2 Сущность метода

Образец сложного метилового эфира растительного масла разбавляют раствором ксилола и стабилизатора. Содержание калия в образце непосредственно определяют пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией при длине волны 766,5 нм. Используемые калибровочные растворы готовят из металлорганической соли калия, растворенной в смеси ксилола и стабилизатора. Добавление стабилизатора к калибровочным растворам является необходимым для того, чтобы улучшить их хранение (растворы с низким содержанием калия нестабильны) и линейность калибровки.

**Предупреждение** — Образец метилового эфира должен быть разбавлен ксилолом в десятикратном отношении для того, чтобы сравнение результатов измерения раствора образца со стандартными образцами было правомочным.

Примечание — Ксилол может быть заменен циклогексаном или петролейным эфиром в тех лабораториях, в которых не разрешено использовать ароматические растворители.

## 3 Реактивы

Следует использовать реактивы только признанного аналитического класса, за исключением специально оговоренных.

**3.1 Рекомендации для мытья стеклянной посуды**

Посуда, используемая для приготовления растворов, должна быть промыта не менее двух раз раствором соляной кислоты концентрацией приблизительно 5 моль/дм$^3$, а затем дистиллированной водой и высушена для того, чтобы избежать загрязнения калия.

**Издание официальное**

3.2 Ксилол (смесь изомеров).

**Предупреждение** — Ксилол способен к воспламенению и вреден для здоровья.

3.3 Стабилизатор, поставляемый фирмой CONOSTAN[1)].

3.4 Раствор стабилизатора в ксилоле, 100 г/дм$^3$.

20 г стабилизатора (3.3) растворяют в ксилоле в полипропиленовой мерной колбе вместимостью 200 см$^3$. Хранят этот раствор в полипропиленовой бутылке.

3.5 Калий, раствор в масле 5000 мг/кг.

Готовый к использованию раствор металлорганической соли калия в исходном масле, имеющий сертифицированный (установленный) титр[2)].

3.6 Калий, раствор промежуточных разбавлений для приготовления серии калибровочных растворов.

3.6.1 Калий, раствор в ксилоле 500 мг/дм$^3$.

Взвешивают 2,5 г раствора калия (3.5) с точностью 0,001 г в мерной колбе вместимостью 25 см$^3$ и доводят до метки ксилолом. Полученный раствор можно хранить в течение 1 месяца.

3.6.2 Калий, раствор в ксилоле 5 мг/дм$^3$.

Пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ переносят 0,50 см$^3$ образца стандартного раствора калия (3.6.1) и доводят до метки ксилолом.

Свежий раствор готовят каждый день.

Примечание — Растворы промежуточных разбавлений могут быть приготовлены в стеклянной колбе (при таких концентрациях загрязнение калия является незначительным).

## 4 Аппаратура

4.1 Атомно-абсорбционный спектрометр

Может быть использован любой атомно-абсорбционный спектрометр при условии, что он оснащен:

4.1.1 полой катодной лампой для определения калия;

4.1.2 системой распыления для работы с органическими растворами, материалы которой являются стойкими к действию растворителя;

4.1.3 головкой горелки, позволяющей использовать ее в контакте с органическими растворами и воздушно-ацетиленовым пламенем.

4.2 Весы с точностью взвешивания до 1 мг.

4.3 Посуда химическая

4.3.1 Мерные колбы вместимостью 25 и 50 см$^3$.

4.3.2 Прецизионная пипетка, отградуированная с точностью 0,5 см$^3$.

4.4 Посуда из полипропилена

4.4.1 Мерные колбы вместимостью 50 и 200 см$^3$.

4.4.2 Пипетка вместимостью 5 см$^3$.

4.4.3 Бутыли вместимостью 250 см$^3$.

4.4.4 Автоматическая пипетка с регулируемым объемом от 1 до 5 см$^3$, снабженная наконечниками для впрыска и съемными полипропиленовыми наконечниками.

## 5 Проведение испытаний

**Предупреждение** — Для того, чтобы избежать загрязнения растворов калия, рекомендуется готовить все испытуемые растворы в полипропиленовых колбах и проводить все операции по отбору проб с использованием полипропиленовых пипеток с полипропиленовыми наконечниками или полипропиленовых пипеток со съемными полипропиленовыми наконечниками для распыления. Однако допускается использовать стеклянную посуду, принимая во внимание предосторожности при ее мытье, чтобы избежать загрязнения анализируемыми элементами.

---

[1)] Продукты можно приобрести на фирме CONOSTAN Standard, поставки осуществляет Conostan Division, Continental Oil Co, Ponca City, OK 74601 — USA.

[2)] CONOSTAN (см. выше) или SPEX Standard, поставки осуществляет SPEX Industries, Inc. Chemical Sales Department, 3880 Park Avenue, Edison, NJ 08820 — USA.

**5.1 Отбор проб**

Отбор проб не является частью метода настоящего стандарта.

Рекомендуемый метод отбора проб приведен в стандарте [1].

**5.2 Приготовление образца**

В мерной колбе вместимостью 50 см$^3$ взвешивают 5,0 г образца метилового эфира с точностью до 0,001 г.

Используя полипропиленовую пипетку, добавляют в колбу 5,0 см$^3$ раствора стабилизатора в ксилоле концентрацией 100 г/дм$^3$ (3.4) и доводят до метки ксилолом.

Берут две порции испытуемого образца, приготовленного по 5.2.

**5.3 Приготовление серии калибровочных растворов**

Готовят калибровочные растворы со следующим содержанием калия: 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 мг/дм$^3$.

Используя автоматическую пипетку с регулируемым объемом, переносят 1,00; 2,00; 3,00 и 5,00 см$^3$ раствора калия (3.6.2) концентрацией 5 мг/дм$^3$ в мерные колбы вместимостью 50 см$^3$ каждая.

Используя полипропиленовую пипетку, добавляют в каждую колбу 5 см$^3$ раствора стабилизатора в ксилоле концентрацией 100 г/дм$^3$ (3.4) и доводят до метки ксилолом.

Готовят холостой раствор (или раствор нулевого номера) тем же способом без добавления калийсодержащего раствора.

Из-за нестабильности калибровочных растворов их готовят непосредственно перед измерением.

**5.4 Спектрометрические измерения**

5.4.1 Подготовка спектрометра

Устанавливают длину волны 766,5 нм с полосой пропускания 1 нм.

Вводят 0,3 мг/дм$^3$ калибровочный раствор для оптимизации различных настроек прибора.

Ищут максимум отклика сигнала, регулируя:

- воздушно-ацетиленовую газовую смесь;
- скорость введения раствора;
- положение горелки.

Вводят ксилол, помещенный в полипропиленовую бутылку, для установки прибора на нулевое поглощение.

5.4.2 Калибровка

Вводят холостой раствор (или раствор нулевого номера) и калибровочные растворы и проводят три измерения для каждого из них.

Рассчитывают для каждого раствора среднеарифметическое значение трех измерений.

Строят калибровочную кривую по полученным средним значениям.

Следует отметить, что значение оптической плотности, полученное для концентрации раствора 0,3 мг/дм$^3$, приблизительно равно 0,095, и кривая является почти прямой линией в рассматриваемых пределах.

**5.4.3 Образцы**

Вводят растворы образцов и проводят измерения таким же образом, как для калибровочных растворов.

Примечание — В том случае, когда измерения образца превышают диапазон по содержанию определяемого элемента для серии калибровочных растворов, приведенных в 5.3, готовят стандартные растворы с более высоким содержанием калия, причем максимальное содержание составляет 2 мг/дм$^3$.

## 6 Обработка результатов

Определяют содержание калия $c_1$ и $c_2$, мг/дм$^3$, двух испытуемых порций образца по калибровочной кривой.

Рассчитывают содержание калия $C_1$ и $C_2$ в образце, мг/кг, по формуле

$$C = c \cdot \frac{V}{m}, \qquad (1)$$

где $c$ — содержание калия в двух испытуемых порциях образца, определяемое по калибровочной кривой ($c_1$, $c_2$);

$V$ — объем раствора образца, см$^3$;

$m$ — масса испытуемой порции образца, г.

Рассчитывают среднее содержание калия $C$ в образце на основе $C_1$ и $C_2$.

Выражают результат в миллиграммах на килограмм и округляют до 0,1 мг/кг.

## 7 Прецизионность

7.1 Во время межлабораторных испытаний, проведенных в 2000 г. с участием 13 лабораторий, в каждой из которых было проведено два определения каждого образца, были получены статистические результаты, приведенные в приложении А.

**7.2 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, не должно превышать указанные ниже значения более чем в одном случае из двадцати

$$r = 0{,}3 \text{ мг/кг}.$$

**7.3 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, не должно превышать указанные ниже значения более чем в одном случае из двадцати

$$R = 0{,}505\,X + 0{,}522, \quad (2)$$

где $X$ — среднее значение двух результатов.

## 8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- используемый метод отбора проб, если известен;
- используемый метод испытаний со ссылками на настоящий стандарт;
- все детали операции, не описанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как незначительные, вместе с деталями любых случайностей, которые могут повлиять на результаты испытаний;
- полученные результаты испытаний или, если проверена повторяемость, окончательный результат.

**Приложение А**
**(справочное)**

## Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания с участием 13 лабораторий из 6 стран проводились на 5 образцах:

Образец 1: FAME, полученный из смеси подсолнечного и рапсового масел (40 % — подсолнечное масло, 60 % — рапсовое масло);

Образец 2: FAME, полученный из рапсового масла;

Образец 3: FAME, полученный из подсолнечного масла;

Образец 4: FAME, полученный из смеси подсолнечного и рапсового масел (80 % — подсолнечное масло, 20 % — рапсовое масло);

Образец 5: FAME, полученный из рапсового масла.

Полученные результаты были изучены статистическим анализом в соответствии со стандартом [2] для получения данных прецизионности, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1 — Данные прецизионности метода

| Образец | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---|---|---|---|---|
| Число участвующих лабораторий | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 |
| Число участвующих лабораторий после исключения выпадающих результатов | 8 | 11 | 12 | 12 | 12 |
| Среднее значение, мг/кг | 0,15 | 0,50 | 5,60 | 4,42 | 2,49 |
| Стандартное отклонение повторяемости, мг/кг | 0,13 | 0,07 | 0,08 | 0,09 | 0,06 |
| Стандартное отклонение воспроизводимости, мг/кг | 0,14 | 0,26 | 1,04 | 0,92 | 0,64 |
| Предел повторяемости $r$, мг/кг | 0,43 | 0,21 | 0,23 | 0,28 | 0,19 |
| Предел воспроизводимости $R$, мг/кг | 0,45 | 0,80 | 3,21 | 2,83 | 1,98 |

**Приложение В**
**(справочное)**

## Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам

Таблица В.1

| Обозначение ссылочного регионального стандарта | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта |
|---|---|
| ЕН ИСО 5555 | * |
| ЕН ИСО 4259 | * |
| * Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного регионального стандарта. Перевод данного регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов. | |

## Библиография


[1] ЕН ИСО 5555 Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб (ISO 5555:2001)

(EN ISO 5555) (Animal and vegetable fats and oils — Sampling)

[2] ЕН ИСО 4259 Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности методов испытания (ISO 4259:1992/ Cor 1:1993)

(EN ISO 4259) (Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test)

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: производные жиров и масел, метиловые эфиры жирных кислот (FAME), калий, атомно-абсорбционная спектрометрия

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
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. 0,70. Тираж 141 экз. Зак. 233.

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