

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



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
EN 16294—  
2016

Производные жиров и растительных масел

## МЕТИЛОВЫЕ ЭФИРЫ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

Определение содержания фосфора методом оптической  
эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной  
плазмой (ICP OES)

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР  
**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

(EN 16294:2012, IDT)

Издание официальное



Минск  
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

# ГОСТ EN 16294-2016

## Предисловие

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

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

### Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

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

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16294:2012 Petroleum products and fat and oil derivatives — Determination of phosphorus content in fatty acid methyl esters (FAME) — Opticalemission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES) (Нефтепродукты и производные жиров и растительных масел. Определение содержания фосфора в метиловых эфирах жирных кислот (FAME). Оптический эмиссионный спектральный анализ с индуктивно связанный плазмой (ICP OES)).

Европейский стандарт EN 16294:2012 разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 19 «Газовые и жидкые топлива, смазочные материалы и родственные продукты нефтяного, синтетического и биологического происхождения» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейских стандартов, на которые дана ссылка, имеются в Национальном фонде ТНПА.

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

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского стандарта EN 16294:2012 для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5-2001 (подраздел 3.6).

Степень соответствия — идентичная (IDT)

## 5 ВВЕДЕНИЕ ВПЕРВЫЕ

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

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

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

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

Производные жиров и растительных масел  
МЕТИЛОВЫЕ ЭФИРЫ ЖИРНЫХ КИСЛОТОпределение содержания фосфора методом оптической эмиссионной спектрометрии  
с индуктивно связанный плазмой (ICP OES)

Fat and oil derivatives

Fatty acid methyl esters (FAME)

Method for determination of phosphorus content by optical emission spectrometry  
with inductively coupled plasma (ICP OES)

Дата введения —

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение содержания фосфора в метиловых эфирах жирных кислот (FAME) методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанный плазмой (ICP OES) в диапазоне значений от 2,5 до 8,0 мг/кг.

**Предупреждение — При применении настоящего стандарта могут использоваться опасные вещества, операции и оборудование. Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья и установление ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.**

## 2 Нормативные ссылки

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

EN ISO 1042:1999 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой)

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

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

## 3 Сущность метода

Взвешенное количество пробы FAME разбавляют керосином. Затем раствор вводят непосредственно в спектрометр ICP OES. Содержание фосфора определяют путем сравнения с калибровочными растворами. Для коррекции вязкостных эффектов применяют внутренний стандарт.

## 4 Реактивы

Если не указано иное, используют только реактивы с известной высокой степенью чистоты.

4.1 **Базовое масло** с кинематической вязкостью, сравнимой с вязкостью испытуемой пробы.

4.2 **Керосин** с температурой кипения от 175 °C до 250 °C.

**Примечание —** В случае нестабильности плазмы или в случае наличия особых лабораторных требований керосин может быть заменен другими подходящими растворителями, не содержащими фосфор.

Издание официальное

# ГОСТ EN 16294-2016

## 4.3 Стандартный раствор фосфора в масле с содержанием фосфора 1000 мг/кг.

В продаже имеются стандартные растворы с более высоким содержанием элементного фосфора. Они могут использоваться вместо указанного раствора, однако следует выполнить их первоначальное разбавление по массе согласно рекомендациям, указанным в 7.1, для получения значений концентрации как можно более близких к заданным номинальным значениям.

## 4.4 Промежуточный раствор фосфора (25 мг/кг).

Взвешивают ( $0,50 \pm 0,01$ ) г стандартного раствора фосфора (4.3) в сосуде вместимостью  $50 \text{ см}^3$  (5.2). Добавляют ( $20,00 \pm 0,01$ ) г керосина (4.2). Взвешивание проводят с точностью до 0,1 мг.

4.5 Стандартные растворы элементов (кобальта, скандия, иттрия) в масле, например с содержанием элемента 1000 мг/кг, имеющиеся в продаже в виде стандартных одноэлементных растворов.

При использовании стандартных многоэлементных растворов в них не должно содержаться фосфора.

Примечание — Как правило, стандартные растворы элементов имеются в продаже в виде одноэлементных растворов с различным содержанием конкретного элемента.

## 4.6 Аргон со степенью чистоты $\geq 99,996\%$ .

Для предотвращения отложения углерода в зоне плазменной горелки в поток аргона с помощью дозирующего клапана ( $30\text{--}100 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) может добавляться небольшое количество кислорода.

## 5 Аппаратура

5.1 Мерные лабораторные колбы вместимостью  $20 \text{ см}^3$  и  $500 \text{ см}^3$  с коническим шлифом и пробкой согласно EN ISO 1042.

## 5.2 Сосуды

вместимостью 30, 50 и  $100 \text{ см}^3$  с завинчивающейся полиэтиленовой крышкой.

Для предотвращения загрязнения испытуемых растворов фосфатами, содержащимися в моющих средствах, используемых для мытья лабораторной посуды, сосуды ополаскивают не менее двух раз раствором соляной кислоты с концентрацией 5 моль/дм<sup>3</sup>. Затем ополаскивают дистиллированной водой и сушат. Для предотвращения загрязнения испытуемых проб все растворы должны готовиться в сосудах из полимерных материалов. Не следует касаться руками поверхностей, которые могут контактировать с испытуемыми растворами.

5.3 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

5.4 Спектрометр ICP OES с характеристиками, приведенными ниже

### 5.4.1 Общие положения

Используют спектрометры ICP OES одновременного или последовательного действия, предназначенные для анализа органических жидкостей, оснащенные высокочастотным генератором и распылителем, подходящим для органических растворителей. Для ввода пробы в распылитель используют подающий насос. Трубки насоса должны быть пригодны для контакта с органическими веществами. Установка и эксплуатация спектрометра ICP OES должны осуществляться согласно инструкции по эксплуатации изготовителя.

Примечание — Для предотвращения образования остаточного углерода и сведения к минимуму мешающего влияния матрицы, связанного с присутствием углерода в плазме, рекомендуется использовать радиальный спектрометр ICP OES.

### 5.4.2 Рекомендуемые длины волн

Рекомендуемые длины волн для определения фосфора приведены в таблице 1. Длины волн представлены в виде спектральных линий вакуумных спектрометров и спектрометров с продувкой (в скобках) в соответствии с характеристиками спектрометров ICP различных изготовителей.

Таблица 1 — Рекомендуемые значения длин волн

Элемент	Длина волны, нм			
Фосфор	177,499 (177,434)	177,287 (178,222)	213,618	214,914
Кобальт	238,892	—	—	—
Скандиний	361,383	—	—	—
Иттрий	224,306	371,029	360,073	—

Поскольку величина фонового сигнала существенно зависит от структуры (состава) спектра, определяемой свойствами и происхождением пробы, следует регистрировать только чистые интенсивности. Для сведения фонового шума к минимуму сигнал и фон следует измерять одновременно.