
**Tekoči naftni proizvodi – Ugotavljanje prisotnosti in določevanje
markirnega indikatorja - evromarkerja v kurilnem olju EL (ekstra lahko) in
petroleju**

Liquid Petroleum Products – Determination of mark indicator content in Fuel Oil
Extra Light and petroleum

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[oSIST 1020:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd0f0/osist-1020-2021)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-
20abd21cd0f0/osist-1020-2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd0f0/osist-1020-2021)

NACIONALNI UVOD

Slovenski standard SIST 1020 (sl), Tekoči naftni proizvodi – Ugotavljanje prisotnosti in določevanje markirnega indikatorja - evromarkerja v kurilnem olju EL (ekstra lahko) in petroleju, 2022, je izvorni standard in ima status slovenskega nacionalnega standarda.

Ta standard nadomešča SIST 1020:2016.

NACIONALNI PREDGOVOR

V Sloveniji se za zakonsko predpisano označevanje kurilnega olja EL (ekstra lahko) in petroleja za ogrevanje uporablja sredstvo za označevanje, ki vsebuje evromarker Solvent Yellow 124 z imenom IUPAC N-etil-N-[2-(1-izobutoksietoksi)etil]-4-(fenilazo) anilin. Sredstvo za označevanje kurilnega olja EL mora vsebovati tudi rdeče barvilo.

V tem standardu so navedene tri preskusne metode za ugotavljanje prisotnosti sredstva za označevanje v dizelskem gorivu, kurilnem olju EL in petroleju za ogrevanje. Od teh je metoda A kvalitativna, metodi B in C pa sta kvantitativni. Metoda C je referenčna in identična zakonsko predpisani referenčni metodi Skupnosti za določevanje evromarkerja (Solvent Yellow 124) v plinskem olju in kerozinu.

Slovenski standard SIST 1020:2022 je pripravil tehnični odbor SIST/TC NAD Naftni derivati.

Odločitev za izdajo tega standarda je 9. septembra 2021 sprejel SIST/TC NAD Naftni derivati.

PREDHODNA IZDAJA iTeh STANDARD PREVIEW

- SIST 1020:2016, Tekoči naftni proizvodi – Ugotavljanje prisotnosti in določevanje markirnega indikatorja - evromarkerja v kurilnem olju EL (ekstra lahko) in petroleju

SPREMEMBE GLEDE NA PREDHODNO IZDAJO

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd090/sist-1020-2021>

V ta standard SIST 1020:2022 so glede na predhodno izdajo SIST 1020:2016 vključene naslednje spremembe:

- spremenjeni sta območji pri metodi C, in sicer pri točki 7.8.2 Ponovljivost in 7.8.3 Obnovljivost.

OPOMBA

- Nacionalni uvod in nacionalni predgovor nista sestavni del standarda.

VSEBINA	Stran
1 Področje uporabe	4
2 Zveza s standardi in drugimi viri	4
3 Kratek opis preskusnih metod	5
4 Vzorčenje	5
5 Vizualna metoda – A	5
6 Spektrofotometrijska metoda – B	6
7 Metoda s tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti (HPLC) – C	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[oSIST 1020:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd0f0/osist-1020-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd0f0/osist-1020-2021>

Tekoči naftni proizvodi – Ugotavljanje prisotnosti in določevanje markirnega indikatorja - evromarkerja v kurilnem olju EL (ekstra lahko) in petroleju

1 Področje uporabe

Standard SIST 1020 določa preskusne metode za ugotavljanje prisotnosti in določevanje evromarkerja Solvent Yellow 124 z imenom IUPAC N-etil-N-[2-(1-izobutoksietoksi)etil]-4-(fenilazo) anilin (številka CAS: 34432-92-3) v kurilnem olju EL, dizelskem gorivu in v njihovih mešanicih ter v petroleju za ogrevanje v območju od 0,5 do 10,0 mg/l (metoda B) oziroma v območju **0,07 do 10 mg/L (metoda C)**.

Za ugotavljanje prisotnosti evromarkerja (kvalitativno) se uporablja vizualna metoda – A. Ta metoda je primerna tudi za kontrolo na terenu.

Za določevanje evromarkerja (kvantitativno) v kurilnem olju EL, dizelskem gorivu in mešanicih obeh goriv ter v petroleju za ogrevanje se uporabljata spektrofotometrijska metoda – B in metoda s tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti (HPLC) – C.

OPOZORILO: Pri preskušanju na podlagi tega standarda lahko naletimo na nevarne snovi, postopke in opremo. Morebitne nevarnosti in ustrezni varnostni ukrepi v standardu niso posebej navedeni. Uporabnik tega standarda je odgovoren, da pred preskušanjem zagotovi ustrezne varnostne ukrepe v skladu z varnostnimi predpisi in upošteva morebitne zakonodajne omejitve.

2 Zveza s standardi in drugimi viri

2.1 Standardi

Ta standard vključuje določila iz drugih standardov, ki so navedeni na ustreznih mestih v besedilu, v nadaljevanju pa so naštet. Uporablja se njihova najnovejša izdaja.

SIST EN ISO 648	Laboratorijska steklovina – Pipete z eno oznako volumna <i>Laboratory glassware – Single volume pipettes</i>
SIST EN ISO 835	Laboratorijska steklovina – Graduirane pipete <i>Laboratory glassware – Graduated pipettes</i>
SIST EN ISO 1042	Laboratorijska steklovina – Volumetrijske steklenice z eno oznako <i>Laboratory glassware – One-mark volumetric flasks</i>
SIST EN ISO 3696	Voda za analitsko laboratorijsko uporabo – Specifikacija in preskusne metode <i>Water for analytical laboratory use – Specification and test methods</i>
SIST EN ISO 3170	Naftne tekočine – Ročno vzorčenje <i>Petroleum liquids – Manual sampling</i>
SIST EN ISO 3171	Naftne tekočine – Avtomatično vzorčenje iz cevovodov <i>Petroleum liquids – Automatic pipeline sampling</i>
SIST EN ISO 4259-1	Nafta in sorodni proizvodi - Natančnost merilnih metod in rezultatov - 1. del: Določanje natančnosti preskusnih metod <i>Petroleum and related products - Precision of measurement methods and results - Part 1: Determination of precision data in relation to methods of test</i>
SIST EN ISO 4259-2	Nafta in sorodni proizvodi - Natančnost merilnih metod in rezultatov - 2. del: Razlaga in uporaba podatkov o natančnosti preskusnih metod <i>Petroleum and related products - Precision of measurement methods and results - Part 2: Interpretation and application of precision data in relation to methods of test</i>

SIST EN ISO 4259-3 Nafta in sorodni proizvodi - Natančnost merilnih metod in rezultatov - 3. del: Spremljanje in upravljanje podatkov o natančnosti pri preskusnih metodah
Petroleum and related products - Precision of measurement methods and results - Part 3: Monitoring and verification of published precision data in relation to methods of test

2.2 Drugi viri

Harmonizirana referenčna metoda Skupnosti za določanje evromarkerja (Solvent Yellow 124) v plinskem olju in kerozinu
Community reference method for the determination of the Euromarker (Solvent Yellow 124) in gas oils and kerosene

3 Kratek opis preskusnih metod

3.1 Vizualna metoda – A

Ustrezna količina vzorca se odmeri v epruveto z vodno raztopino klorovodikove kisline, dobro pretrese in pusti, da se plasti ločita. Če je v vzorcu prisoten evromarker, se spodnja plast obarva rdeče.

3.2 Spektrofotometrijska metoda – B

Mešanica vzorca in klorovodikove kisline se stresa v liju ločniku in pusti, da se plasti ločita. Intenziteta obarvanja spodnje plasti se meri spektrofotometrijsko pri valovni dolžini 520 nm glede na referenčno raztopino klorovodikove kisline. Koncentracija evromarkerja v vzorcu se določi iz grafa ali enačbe umeritvene premice, pripravljene na podlagi meritev standardnih raztopin evromarkerja.

3.3 Metoda s tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti (HPLC) – C

Metoda se uporablja za določevanje evromarkerja v koncentracijskem območju od meje detekcije do 10 mg/L. Če je koncentracija analita višja od 10 mg/L, je treba vzorec redčiti z o-ksilenom. Natančnost preskusne metode je opredeljena le za koncentracijsko območje od 0,12 do 10 mg/L.

V plinskem olju in petroleju za ogrevanje sta meja detekcije 0,02 mg/L in meja določljivosti 0,07 mg/L.

Vzorec se s pomočjo brizge filtrira skozi filter z velikostjo por 0,45 µm v vialo. Analit se loči z normalno fazno tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti in kvantitativno določi z metodo eksternega standarda. Določevanje evromarkerja poteka z UV/VIS-detektorjem pri valovni dolžini 450 nm; dodatne informacije se lahko pridobijo z detektorjem z nizom diod pri 410 nm.

OPOMBA: Uporaba detektorja z nizom diod pri 410 nm potrdi ali izključi možnost prisotnih komponent (na primer biodizla), ki lahko motijo meritev pri valovni dolžini 450 nm.

4 Vzorčenje

Vzorči se po postopku, opisanem v SIST EN ISO 3170 ali SIST EN ISO 3171.

5 Vizualna metoda – A

5.1 Reagenti in materiali

5.1.1 Klorovodikova kislina, HCl, 12,7 % (m/m)

5.2 Aparature in pribor

5.2.1 Epruvete, na primer: opremljene s pokrovčki na navoj, s prostornino okoli 30 ml, proizvedene iz materiala, ki je odporen proti naftnim derivatom in kislina (PP ali podobno), biti morajo transparentne (prosojne-prozorne), graduirane, samostoječe, z notranjim premerom okoli 25 mm, spodaj oblikovane v konus.

5.3 Postopek

V čisto epruveto se odmeri 2 oziroma 3 mL klorovodikove kisline (5.1.1), doda 10 oziroma 15 mL vzorca in zapre. Vsebina epruvete se dobro pretrese in pusti 1 do 2 minuti, da se plasti ločita. Če se spodnja plast v epruveti obarva rdeče, je v vzorcu prisoten evromarker; če pa se spodnja plast v epruveti ne obarva rdeče, evromarkerja ni v vzorcu.

5.4 Podajanje rezultatov

Rezultat se poda opisno; evromarker v vzorcu "je prisoten" ali "ni prisoten".

Upoštevati je treba, da nekateri dodatki plinskemu olju lahko dajo lažno pozitivno reakcijo. V primeru dvomljivih rezultatov se opravi preskus po metodi s tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti (HPLC)-C.

6 Spektrofotometrijska metoda – B

6.1 Reagenti in materiali

Uporabljajo se reagenti s čistoto p.a. in voda za laboratorijsko uporabo, razred 3, po SIST EN ISO 3696.

6.1.1 Standardni evromarker: Solvent Yellow 124 z imenom IUPAC N-etil-N-[2-(1-izobutoksietoksi)etil]-4-(fenilazo) anilin (številka CAS: 34432-92-3) s certificirano čistoto

6.1.2 Klorovodikova kislina, HCl, 12,7 % (m/m)

6.1.3 Toluen, CH₃C₆H₅

6.1.4 N-heptan, C₇H₁₆

6.2 Aparature in pribor

Poleg običajnega laboratorijskega pribora se uporabljajo spodaj našteje aparature in pribor.

6.2.1 Spektrofotometer, primeren za merjenje absorpcije v območju od 360 nm do 650 nm

6.2.2 Kivete za spektrofotometer, 1 cm

6.2.3 Lij ločnik, 100 ml

6.2.4 Pipete z enojno oznako, SIST EN ISO 648, razred A

6.2.5 Merilne pipete, graduirane na 0,05 ml, SIST EN ISO 835

6.2.6 Merilne bučke, 100 ml, SIST EN ISO 1042, razred A

6.2.7 Filtrirni papir, naguban

6.2.8 Stresalnik

6.2.9 Centrifuga, centrifugirke

6.3 Postopek

6.3.1 Referenčna raztopina

Kot referenčna raztopina se uporablja klorovodikova kislina (6.1.2).

6.3.2 Priprava umeritvene premice

6.3.2.1 Osnovna standardna raztopina evromarkerja

V 100-mililitrsko merilno bučko se natehta 250,0 mg standardnega evromarkerja (6.1.1) in doda toluen do oznake. Vsebina se dobro pretrese. S pipeto se 10,0 mL te raztopine odmeri v 250-mililitrsko merilno bučko in dopolni s toluenom do oznake. Vsebina se dobro pretrese. En (1) ml te osnovne standardne raztopine vsebuje 0,1 mg evromarkerja.

6.3.2.2 Priprava standardnih raztopin evromarkerja

Količine osnovne standardne raztopine evromarkerja (6.3.2.1), navedene v preglednici 1, se s pipeto odmerijo v 100-mililitrske merilne bučke.

Preglednica 1: Odmerki osnovne standardne raztopine evromarkerja

Osnovna standardna raztopina (ml)	Nazivna koncentracija evromarkerja (mg/l)
0,5	0,5
1,0	1,0
2,0	2,0
5,0	5,0
10,0	10,0

Raztopine v merilnih bučkah se dopolnijo z n-heptanom do oznake in pretresejo. V lij ločnik se odmeri 10 mL posamezne standardne raztopine, doda 10 mL klorovodikove kisline ter močno stresa 15 minut, ročno ali s stresalnikom. Ko se plasti ločita, se spodnja plast iz lija ločnika spusti v centrifugirko, ta se vstavi v centrifugo in centrifugira (približno 3 000 vrt/min) 5 minut. Iz centrifugirke se raztopina prenese v kiveto.

[oSIST 1020:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd010/osist-1020-2021)

6.3.2.3 Merjenje standardnih raztopin evromarkerja

Ekstinkcija standardnih raztopin se meri s spektrofotometrom pri valovni dolžini 520 nm glede na referenčno raztopino (6.3.1).

6.3.2.4 Graf in enačba umeritvene premice

Graf umeritvene premice je podan kot ekstinkcija glede na količino evromarkerja v standardnih raztopinah, izraženo v mg/L.

Koeficienti umeritvene premice so določeni po enačbi (1):

$$E_{520} = k \cdot C_s + n \quad (1)$$

kjer so:

- E_{520} ekstinkcije standardnih raztopin evromarkerja pri 520 nm
- k naklon umeritvene premice
- C_s koncentracija evromarkerja v standardnih raztopinah, v mg/l
- n sečišče premice z ordinato

6.3.3 Določanje koncentracije evromarkerja v vzorcu

6.3.3.1 Priprava vzorca

V lij ločnik se odmeri 10 mL prefiltriranega vzorca in doda 10 mL klorovodikove kisline ter močno stresa 15 minut, ročno ali s stresalnikom. Ko se po končanem stresanju plasti ločita, se spodnja plast iz lija ločnika filtrira.

6.3.3.2 Meritev

Ekstinkcija raztopine vzorca se meri s spektrofotometrom pri valovni dolžini 520 nm glede na referenčno raztopino (6.3.1).

6.3.3.3 Izračun

Koncentracija evromarkerja v vzorcu se določi iz grafa ali po enačbi umeritvene premice (2):

$$C_V' = 1/k \cdot (E - n) \quad (2)$$

kjer so:

- C_V' koncentracija evromarkerja v vzorcu, v mg/l
- E ekstinkcija raztopine vzorca pri 520 nm
- k naklon umeritvene premice
- n sečišče premice z ordinato

Koncentracija evromarkerja v vzorcu, izražena v mg/kg, se izračuna po enačbi (3):

$$C_V = (C_V' \cdot 1000) / \rho_{15^\circ\text{C}} \quad (3)$$

kjer so:

- C_V koncentracija evromarkerja v vzorcu, v mg/kg
- C_V' koncentracija evromarkerja v vzorcu, v mg/l
- $\rho_{15^\circ\text{C}}$ gostota vzorca pri 15 °C, v kg/m³

6.4 Podajanje rezultatov

Koncentracija evromarkerja se poda kot srednja vrednost dveh meritev na 0,1 mg/L natančno ali na 0,1 mg/kg natančno, če je izražena v mg/kg.

6.5 Natančnost

6.5.1 Splošno

Natančnost, ki je določena s statistično raziskavo rezultatov medlaboratorijskega primerjalnega preskušanja v skladu s standardom SIST EN ISO 4259, je podana v točkah 6.5.2 in 6.5.3.

6.5.2 Ponovljivost

Pri spektrofotometrijski metodi – B je lahko razlika med dvema rezultatoma preskusov, ki ju dobi isti izvajalec z isto opremo pri konstantnih pogojih preskušanja istega preskusnega materiala v daljši seriji preskusov z normalnim in pravilnim izvajanjem preskusne metode, le v enem od dvajsetih primerov večja od 0,5 mg/l.

6.5.3 Obnovljivost

Pri spektrofotometrijski metodi – B je lahko razlika med dvema posameznima in neodvisnima rezultatoma preskusov, ki ju dobita različna izvajalca v različnih laboratorijih pri preskušanju istega preskusnega materiala v daljši seriji preskusov z normalnim in pravilnim izvajanjem preskusne metode, le v enem od dvajsetih primerov večja od 1,1 mg/l.

6.6 Poročilo o preskusu

V poročilu o preskusu se za označevanje preskusne metode, npr. za določanje koncentracije evromarkerja v kurilnem olju EL (ekstra lahkem) ali petroleju za ogrevanje po spektrofotometrijski metodi – B, uporablja oznaka:

Preskusna metoda SIST 1020 – B

7 Metoda s tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti (HPLC) – C

Uporabljajo se reagenti s čistoto p.a.

7.1 Reagenti in materiali

7.1.1 Standardni evromarker: Solvent Yellow 124 (SY124) z imenom IUPAC N-etil-N-[2-(1-izobutoksietoksi)etil]-4-(fenilazo) anilin (številka CAS: 34432-92-3) s certificirano čistoto

7.1.2 Referenčni vzorci, ki so lahko:

- tri standardne raztopine kot za kreiranje umeritvene premice ali
- dva vzorca, pripravljena z znano količino standardnega evromarkerja v dveh koncentracijskih območjih, ali
- certificirana referenčna materiala v dveh koncentracijskih območjih

7.1.3 Etil acetat, $C_4H_8O_2$

7.1.4 o-ksilen, $C_6H_4(CH_3)_2$

7.1.5 Toluen, $CH_3C_6H_5$, za tekočinsko kromatografijo

7.1.6 Mobilna faza: zmešata se etil acetat (7.1.2) in toluen (7.1.4) v volumskem razmerju 2:98 (20 mL etil acetata in 980 mL toluena)

7.2 Aparature in pribor

7.2.1 Merilne bučke, 500 mL in 100 mL, SIST EN ISO 1042, razred A

7.2.2 Pipete, 1, 5, 10 mL

7.2.3 Brizge, 10 mL, in **filtri PTFE** z velikostjo por 0,45 μ m

7.2.4 Viale, primerne za HPLC

7.2.5 Sistem HPLC z naslednjo konfiguracijo:

7.2.5.1 Črpalka HPLC, ki zagotavlja zahtevan konstanten pretok brez nihanj

7.2.5.2 Avtomatski ali ročni injektor: z vzorčevalno zanko s kapaciteto 20 μ L

7.2.5.3 Kolona: 5 μ m Si-polnilo, z dolžino 200–250 mm in premerom 3,0 do 5 mm, npr. Waters Spherisorb 5 μ m ali Luna 5 μ m Silica Phenomenex

7.2.5.4 Predkolona: Si-polnilo, npr. Spherisorb S5W Waters (uporaba je priporočljiva, ni pa nujna)

7.2.5.5 Termostat za kolono: 40 °C, termostatisiranje je potrebno, kadar retenzijski čas za evromarker ni ponovljiv od injiciranja do injiciranja

7.2.5.6 Detektor: UV/VIS pri valovni dolžini 450 nm oziroma pri uporabi detektorja z nizom diod pri 410 nm in 450 nm

7.2.5.7 Sistem za obdelavo kromatogramov, ki omogoča integracijo, izračun in izdelavo izpisov

7.3 Priprava umeritvene premice

7.3.1 Osnovna standardna raztopina evromarkerja

Iz zatehte in deklarirane čistote uporabljenega standardnega evromarkerja se izračuna koncentracija osnovne standardne raztopine (približno 100 mg/L). Raztopina se pusti stati čez noč. Pred uporabo za pripravo umeritvenih raztopin se ponovno pretrese.

7.3.2 Priprava standardnih raztopin evromarkerja

Količine osnovne standardne raztopine evromarkerja (7.3.1), navedene v preglednici 2, se s pipeto odmerijo v 100-mililitrske merilne bučke.

Preglednica 2: Odmerki osnovne standardne raztopine evromarkerja

Osnovna standardna raztopina evromarkerja (mL)	Nazivna koncentracija evromarkerja (mg/L)
10	10
5	5
1	1

Raztopine v merilnih bučkah se dopolnijo z [o-ksilenom](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd0f0/osist-1020-2021) do oznake in pretresejo.

7.3.3 Umeritvena premica <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dc8d5e8e-28e4-4bc6-b649-20abd21cd0f0/osist-1020-2021>

Standardne raztopine se injicirajo po dvakrat.

Umeritvena premica se oblikuje tako, da gre skozi ničlo. Umeritvena premica je primerna, če je korelacijski koeficient (r) linearne regresije vseh umeritvenih točk boljši od 0,999. Če je korelacijski koeficient manjši od 0,999, se preveri ustreznost sistema in se, če je mogoče, izboljša.

Po opravljeni analizi kalibracijskih raztopin se preveri delovanje sistema v dveh koncentracijskih območjih z analizo referenčnih vzorcev iz točke 7.1.2. Izmerjene vrednosti ne smejo odstopati od referenčne vrednosti za več kot dvakratnik standardnega odklona ponovljivosti v danem koncentracijskem območju. V nasprotnem primeru se postopek kalibracije ponovi.

7.4 Priprava vzorca

Vzorec se dobro premeša in s pomočjo brizge filtrira skozi filter (7.2.3) v vialo. Če je koncentracija analita višja od 10 mg/L, je treba vzorec redčiti z o-ksilenom.

7.5 Preverjanje sistema HPLC

Priporočljivo je, da se pred analizo vzorcev preverita stabilnost sistema HPLC in ponovljivost retenzijskih časov za evromarker. Standardna raztopina s koncentracijo 10 mg/L se injicira trikrat. Relativni standardni odklon površin vrhov za evromarker naj bo manjši od 1 %. Retencijski čas za evromarker naj bo od 2- do 4-krat daljši od časa pojava signala, zapaženega za mrtvi volumen (t_0). Relativni standardni odklon retenzijskih časov za evromarker naj bo manjši od 2 %. Če je retencijski čas prekratek ali predolg, se prilagodi sestava mobilne faze. Dodatek etilacetata skrajša retencijski čas.