ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 1601— 2007

Нефтепродукты жидкие

БЕНЗИН НЕЭТИЛИРОВАННЫЙ

Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора по кислороду (O-FID)

EN 1601:1997

Liquid petroleum products — Unleaded petrol — Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen by gas chromatography (O-FID)

(IDT)

Издание официальное

БЗ 11—2007/395

Москва
Стандартинформ
2008

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 аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4, выполненного ФГУП «Стандартинформ»

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 27 декабря 2007 г. № 597-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 1601:1997 «Нефтепродукты жидкие. Бензин неэтилированный. Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии (O-FID)» (ЕН 1601:1997 «Liquid petroleum products — Unleaded petrol — Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen by gas chromatography (O-FID)»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного регионального стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

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

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, 2008

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 и материалы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 3
7 Проведение испытания 3
8 Расчет 4
9 Обработка результатов 5
10 Прецизионность 6
11 Протокол испытания 6
Приложение А (обязательное) Плотность органических кислородсодержащих соединений при температуре 15 °С 7
Приложение В (обязательное) Руководство по технике использования селективного детектирования кислорода (O-FID) 12
Приложение С (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам 15

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Нефтепродукты жидкие

БЕНЗИН НЕЭТИЛИРОВАННЫЙ

Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора по кислороду (O-FID)

Liquid petroleum products. Unleaded petrol. Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen content by gas chromatography method using the oxygen flame-ionization detector (O-FID)

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод газовой хроматографии для количественного определения содержания индивидуальных органических кислородсодержащих соединений в диапазоне от 0,17 % масс. до 15 % масс. и общего содержания органически связанного кислорода до 3,7 % масс. в неэтилированном бензине, имеющем температуру конца кипения не более 220 °С.

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с опасными для здоровья материалами, приемами и оборудованием. В настоящем стандарте не ставится цель указать все проблемы техники безопасности, связанные с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за применение соответствующих методов обеспечения техники безопасности и охраны здоровья, а также перед использованием стандарта — за определение применимости действующих нормативных ограничений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие региональные стандарты:

ЕН ИСО 3170 Нефтяные жидкости. Ручной отбор проб

ЕН ИСО 3171 Нефтяные жидкости. Автоматический отбор проб из трубопроводов

ЕН ИСО 3675 Сырая нефть и жидкие нефтепродукты. Лабораторное определение плотности или относительной плотности. Метод с использованием ареометра

ЕН ИСО 3838 Сырая нефть и жидкие или твердые нефтепродукты. Определение плотности или относительной плотности. Методы с использованием пикнометра с капилляром и градуированного бикапиллярного пикнометра

ЕН ИСО 12185 Сырая нефть и нефтепродукты. Определение плотности. Метод осцилляции U-образной трубки

3 Сущность метода

После разделения испытуемого образца на капиллярной колонке органические кислородсодержащие соединения (оксигенаты) селективно превращаются в монооксид углерода, водород и углерод в реакторе-пиролизере. Затем в реакторе-гидрогенизаторе монооксид углерода превращается в метан, который определяют, используя пламенно-ионизационный детектор по кислороду (O-FID)

Примечание — Руководство по селективному детектированию кислорода (O-FID) приведено в приложении В.

Издание официальное

4 Реактивы и материалы

Следует использовать только химически чистые реактивы.

4.1 Газы

4.1.1 Газ-носитель

Гелий или азот, не содержащие загрязняющих его углеводородов, кислорода и воды.

В качестве газа-носителя нельзя использовать водород, так как он мешает реакции крекинга.

4.1.2 Газы для реактора и детектора

Водород и воздух или кислород.

Предупреждение — Водород при смешивании с воздухом в концентрациях приблизительно от 4 % об. до 75 % об. образует взрывоопасную смесь. Для предотвращения утечек водорода в окружающее пространство все соединительные элементы и линии, по которым подается водород, должны быть газонепроницаемыми.

4.2 Реактивы для приготовления калибровочных образцов

Реактивы должны иметь чистоту не менее 99,0 % масс. Калибровочные образцы могут представлять собой комбинацию из следующих реактивов:

метанол (CH_3OH) (метиловый спирт, MeOH);

этанол (CH_3CH_2OH) (этиловый спирт, EtOH);

пропан-1-ол ($CH_3CH_2CH_2OH$) (пропиловый спирт, NPA);

пропан-2-ол [$(CH_3)_2CHOH$] (изопропиловый спирт, IPA);

бутан-1-ол [$CH_3(CH_2)_3OH$] (бутиловый спирт, NBA);

бутан-2-ол ($CH_3CH(OH)CH_2CH_3$) (вторбутиловый спирт, SBA);

2-метил-пропан-2-ол [$(CH_3)_3COH$] (третбутиловый спирт, TBA);

2-метил-пропан-1-ол [$(CH_3)_2CHCH_2OH$] (изобутиловый спирт, IBA);

пентан-2-ол [$CH_3CH(OH)CH_2CH_2CH_3$] (вторамиловый спирт, SAA);

третбутилметиловый эфир [$(CH_3)_3COCH_3$] (метилтретбутиловый эфир, MTBE);

метилтретпентиловый эфир [$(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$] (третамилметиловый эфир, TAME);

этилтретпентиловый эфир [$(CH_3)_2C(OCH_2CH_3)CH_2CH_3$] (этилтретамиловый эфир, ETAE);

ацетон [$(CH_3)_2CO$];

бутанон [$(CH_3CH_2COCH_3$) (метил-этилкетон, МЕК);

третбутилэтиловый эфир [$(CH_3)_3COCH_2CH_3$] (этилтретбутиловый эфир, ETBE).

4.3 Внутренние стандарты

Используют один из реактивов, перечисленных в 4.2. Если имеется вероятность, что все эти реактивы присутствуют в испытуемом образце, то используют другое органическое кислородсодержащее соединение, имеющее такую же чистоту и аналогичную летучесть.

4.4 Бензин, не содержащий органических кислородсодержащих соединений

Бензин, проверенный на отсутствие органических кислородсодержащих соединений, которые можно определять настоящим методом.

5 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и химическая посуда, а также следующее оборудование:

5.1 Газохроматографическая система

5.1.1 Газовый хроматограф

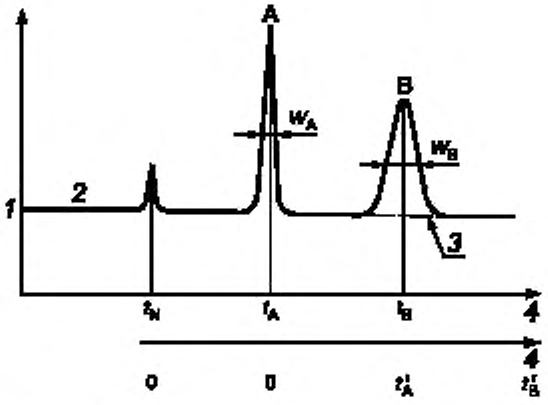
Оснащен селективной в отношении кислорода пламенно-ионизационной детектирующей системой.

5.1.2 Колонки

Разделительная капиллярная колонка с соответствующей фазой, обеспечивающей требуемое разрешение.

Примечание — Было определено, что подходящими материалами являются полиэтиленгликоль и метилсилоксан.

Разрешение между определяемыми соединениями, а также между водой и кислородом должно быть не менее 1.



1 — начало; *2* — нулевая линия; *3* — базовая линия; *4* — ось времени

Рисунок 1 — Расчет разрешения между пиками А и В

Разрешение R между пиками А и В (рисунок 1) рассчитывают по формуле

$$R = 1{,}18\,\frac{t'_B - t'_A}{W_A - W_B}, \qquad (1)$$

где t'_B — время удерживания компонента В;
t'_A — время удерживания компонента А;
W_A — ширина пика на половине его высоты, соответствующего компоненту А;
W_B — ширина пика на половине его высоты, соответствующего компоненту В.

Примечание — t_N — это соответствующее колонке нулевое время удерживания , то есть время, требующееся инертному компоненту (такому, как метан) для прохождения через колонку до регистрации хроматограммы.

5.1.3 Устройства для управления потоками газа-носителя, реакторного газа и газа детектора.

5.1.4 Регистрирующее устройство (регистратор) и (или) интегрирующее устройство (интегратор)

Усилитель и регистрирующее устройство типа потенциометр или интегрирующее устройство или процессорная система обработки данных, дающая значения площадей, соответствующие площадям пиков в квадратных миллиметрах.

5.2 Устройство для ввода испытуемого образца

5.3 Контейнер для испытуемого образца обычно вместимостью от 10 до 100 см^3, закрывающийся фторопластовой (ПТФЭ—PTFE) пробкой с самоуплотняющейся резиновой прокладкой.

6 Отбор проб

Если в товарных спецификациях не указано иное, отбор проб должен выполняться в соответствии с процедурами, описанными в ИСО 3170 или ИСО 3171, и (или) в соответствии с требованиями национальных стандартов или норм, относящихся к отбору проб бензина.

7 Проведение испытания

7.1 Установка режима работы аппаратуры

7.1.1 Общие положения

Подготавливают оборудование и устанавливают условия испытаний в соответствии с инструкциями изготовителя оборудования.

7.1.2 Газ-носитель

Регулируют давление и скорость потока газа-носителя таким образом, чтобы разрешение соответствовало требованиям, указанным в 5.1.2.

Важно свести к минимуму количество кислорода в газе-носителе. Для снижения влияния мешающих факторов и уменьшения фона кислорода обязательно следует использовать фильтрующие системы, удаляющие кислород и воду.

7.2 Калибровка

Готовят калибровочный образец в соответствии с 7.4, для чего к определенной массе органических кислородсодержащих соединений (4.2) добавляют соединение, выбранное в качестве внутреннего стандарта (4.3), и разбавляют полученную смесь до определенной массы бензином (4.4).

Примечание — Калибровочный образец должен содержать те же кислородсодержащие соединения (и в тех же пропорциях), что и испытуемый образец бензина.

Вводят в газовый хроматограф соответствующее количество приготовленного калибровочного образца. Его количество должно быть таким, чтобы не нарушалась линейность работы детектора.

Для всех оцениваемых i-х компонентов определяют и регистрируют время удерживания и рассчитывают калибровочный коэффициент f_i (коэффициент чувствительности) по уравнению

$$f_i = \frac{M_i A_{st}}{A_i M_{st}}, \qquad (2)$$

где M_i — масса i-го компонента в калибровочном образце, г;

A_{st} — площадь пика, соответствующего внутреннему стандарту, мм^2;

A_i — площадь пика, соответствующего i-му компоненту, мм^2;

M_{st} — масса внутреннего стандарта в калибровочном образце, г.

Записывают значение коэффициента чувствительности, соответствующего каждому компоненту.

7.3 Определение плотности

Плотность испытуемого образца ρ_s определяют при температуре 15 °С в соответствии с ЕН ИСО 3675, ЕН ИСО 3838 или ЕН ИСО 12185 и записывают полученный результат с точностью до 0,1 кг/м^3.

7.4 Подготовка испытуемого образца

Испытуемый образец охлаждают до температуры от 5 °С до 10 °С. Контейнер для испытуемого образца (5.3) с резиновой прокладкой взвешивают с точностью до 0,1 мг, не закупоривая контейнер плотно.

Необходимое количество внутреннего стандарта (4.3) помещают в контейнер для испытуемого образца и взвешивают его с точностью до 0,1 мг вместе с его содержимым и резиновой прокладкой, не закупоривая контейнер плотно. Масса внутреннего стандарта m_{st}, выраженная в граммах, должна составлять от 2 % до 5 % массы испытуемого образца m_s, но она не должна быть менее 0,050 г.

Необходимое количество охлажденного испытуемого образца (обычно от 5 до 100 см^3) помещают в контейнер и сразу же плотно закупоривают его. Взвешивают с точностью до 0,1 мг контейнер для испытуемого образца вместе с его содержимым. Записывают выраженную в граммах массу отобранного для испытаний образца m_s с точностью до 0,1 мг.

Записывают количество внутреннего стандарта в приготовленном испытуемом образце (% масс.). Перемешивают содержимое контейнера с испытуемым образцом, встряхивая его до тех пор, пока содержимое не станет гомогенным.

7.5 Ввод испытуемого образца

Соответствующее количество приготовленного испытуемого образца (7.4) вводят в газовый хроматограф. Следят за тем, чтобы вводимое количество образца было таким, чтобы емкость колонки и других комплектующих газового хроматографа не превышалась и не нарушалась линейность работы детектора.

7.6 Анализ хроматограммы

Анализируют хроматограмму и идентифицируют компоненты испытуемого образца по соответствующим им значениям времени удерживания (7.2).

8 Расчет

8.1 Расчет массы каждого компонента в испытуемом образце

Рассчитывают массу m_i, выраженную в граммах каждого содержащегося в испытуемом образце i-го компонента, по следующей формуле

$$m_i = \frac{A_i f_i m_{st}}{A_{st}}, \quad (3)$$

где A_i — площадь пика соответствующего i-го компонента, мм^2;
f_i — коэффициент чувствительности соответствующего i-го компонента;
m_{st} — масса внутреннего стандарта, добавленного в испытуемый образец (7.4), г;
A_{st} — площадь пика, соответствующего внутреннему стандарту, мм^2.

8.2 Расчет содержания в испытуемом образце каждого компонента в массовых процентах

Рассчитывают значение ω_i, соответствующее каждому i-му компоненту, % масс., по формуле

$$\omega_i = \frac{m_i}{m_s} 100. \quad (4)$$

8.3 Расчет содержания в испытуемом образце каждого компонента в объемных процентах

Рассчитывают значение φ_i, соответствующее каждому i-му компоненту, % об., по формуле

$$\varphi_i = \frac{V_i}{V_s} 100, \quad (5)$$

где V_i — объем i-го компонента, см^3;
V_s — объем взятого на испытание образца, см^3 (7.4).

Объем i-го компонента V_i рассчитывают по массе каждого компонента, значениям плотности, приведенным в приложении А, и плотности испытуемого образца (7.3) с использованием следующего общего соотношения

$$\text{объем} = \frac{\text{масса}}{\text{плотность}}.$$

Для i-го компонента это соотношение приобретает вид

$$V_i = \frac{m_i 1000}{\rho_i}, \quad (6)$$

где ρ_i — плотность i-го компонента при температуре 15 °С, кг/м^3.

Объем взятого на испытание образца V_s рассчитывают по формуле

$$V_s = \frac{m_s 1000}{\rho_s}. \quad (7)$$

8.4 Общее содержание органически связанного кислорода

Рассчитывают общее содержание органически связанного кислорода Ω, % масс., по процентному содержанию (% масс.) соответствующих индивидуальных компонентов после их идентификации по формуле

$$\Omega = \Sigma \frac{\omega_i 16{,}00}{W_i}, \quad (8)$$

где W_i — молекулярная масса i-го компонента.

Пример — Если было определено, что в испытуемом образце содержится 2 % масс. метанола и 4 % масс. этанола, то:

для метанола: $\omega_i = 2$ ***% масс.;*** $W_i = 32{,}04$***;***

для этанола: $\omega_i = 4$ ***% масс.;*** $W_i = 46{,}07$***.***

$$\Omega = \frac{2 \cdot 16{,}00}{32{,}04} + \frac{4 \cdot 16{,}00}{46{,}07} = 1{,}00 + 1{,}39 = 2{,}39 \text{ \% масс.}$$

9 Обработка результатов

Записывают содержание каждого компонента с точностью до 0,1 % масс. или 0,1 % об.

Записывают общее содержание органически связанного кислорода с точностью до 0,01 % масс.

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний в течение длительного времени, может превышать значения, приведенные в таблицах 1 и 2, только в одном случае из двадцати.

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний в течение длительного времени, может превышать значения, указанные в таблицах 1 и 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 1 — Повторяемость и воспроизводимость результатов определения содержания органических кислородсодержащих соединений

Органические кислородсодержащие соединения, % масс. или % об.	Повторяемость, % масс. или % об.	Воспроизводимость, % масс. или % об.
От 0,1 до 1,0 включ.	0,05	0,1
Св. 1,0 » 3,0 »	0,1	0,3
» 3,0 » 5,0 »	0,1	0,4
» 5,0 » 7,0 »	0,2	0,5
» 7,0 » 9,0 »	0,2	0,6
» 9,0 » 11,0 »	0,2	0,8

Таблица 2 — Повторяемость и воспроизводимость результатов определения общего содержания органически связанного кислорода

Общее содержание органически связанного кислорода, % масс.	Повторяемость, % масс.	Воспроизводимость, % масс.
От 1,5 до 3,0	0,08	0,3

11 Протокол испытания

Протокол должен включать в себя следующие данные:

a) тип и идентификацию испытуемого нефтепродукта:
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) использованную процедуру отбора проб (раздел 6);
d) плотность испытуемого образца (7.3);
e) результаты испытаний (раздел 9);
f) любые отклонения от описанной процедуры;
g) дату проведения испытаний.

Приложение А
(обязательное)

Таблица А.1 — Плотность органических кислородсодержащих соединений при температуре 15 °С

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Метанол, CH_3OH	795,8
Этанол, CH_3CH_2OH	794,8
Пропан-1-ол, $CH_3CH_2CH_2OH$	813,3
Пропан-2-ол, $(CH_3)_2CHOH$	789,5
Бутан-1-ол, $CH_3(CH_2)_3OH$	813,3
Бутан-2-ол, $CH_3CH(OH)CH_2CH_3$	810,6
2-Метилпропан-2-ол, $(CH_3)_3COH$	791,0
2-Метилпропан-1-ол, $(CH_3)_2CHCH_2OH$	805,8
Пентан-1-ол, $CH_3(CH_2)_4OH$	818,5
Пентан-2-ол, $CH_3CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	813,5
Пентан-3-ол, $CH_3CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	824,6
2-Метилбутан-1-ол, $C_2H_5CH(CH_3)CH_2OH$	823,5
3-Метилбутан-1-ол, $CH_3CH(CH_3)C_2H_4OH$	816,3
2-Метилбутан-2-ол, $(CH_3)_2C(OH)CH_2CH_3$	813,5
3-Метилбутан-2-ол, $CH_3C(CH_3)CH(OH)CH_3$	822,8
Гексан-1-ол, $CH_3(CH_2)_5OH$	822,5
Гексан-2-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(OH)CH_2CH_3$	818,2
Гексан-3-ол, $CH_3CH_2CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	822,7
2-Метилпентан-1-ол, $CH_3CH_2CH_2CH(CH_3)CH_2OH$	827,9
3-Метилпентан-1-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2CH_2OH$	826,1
4-Метилпентан-1-ол, $CH_3CH(CH_3)CH_2CH_2CH_2OH$	816,6
2-Метилпентан-2-ол, $CH_3C(CH_3)_2C(OH)(CH_2)_3CH_3$	817,7
3-Метилпентан-2-ол, $CH_3CH(OH)CH(CH_3)CH_2CH_2$	833,3
4-Метилпентан-2-ол,$CH_3CH(OH)CH_2(CH_3)_2$	811,3
2-Метилпентан-3-ол,$(CH_3)_2CHCH(OH)CH_2CH_3$	829,0
3-Метилпентан-3-ол,$CH_3CH_2C(CH_3)(OH)CH_2CH_3$	828,9
2-Этилбутан-1-ол, $CH_3CH_2CH(CH_2CH_3)CH_2OH$	837,4
2,2-Диметилбутан-1-ол, $CH_3CH_2C(CH_3)_2OH$	832,6
2,3-Диметилбутан-2-ол,$CH(CH_3)_2CH(CH_3)CH_2OH$	826,9
3,3-Диметилбутан-2-ол, $C(CH_3)_3C_2H_4OH$	823,1
Гептан-1-ол, $CH_3(CH_2)_6OH$	825,9
Гептан-2-ол, $CH_3(CH_2)_4CH(OH)CH_3$	821,7
Гептан-3-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(OH)CH_2CH_3$	825,2

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Гептан-4-ол, $CH_3CH_2CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	822,8
2-Метилгексан-2-ол, $CH_3C(OH)CH_3(CH_2)_3CH_3$	818,3
2-Метилгексан-3-ол, $(CH_3)_2CHCH(OH)CH_2CH_2CH_3$	827,9
3-Метилгексан-3-ол, $CH_3CH_2C(CH_3)(OH)CH_2CH_2CH_3$	828,9
3-Этилпентан-3-ол, $(CH_3CH_2)_3COH$	848,2
2,4-Диметилпентан-3-ол, $(CH_3)_2CHCHOH(CH_3)_2$	835,1
Октан-1-ол, $CH_3(CH_2)_7OH$	828,8
Октан-2-ол, $CH_3(CH_2)_5CHOHCH_3$	824,0
Октан-3-ол, $CH_3(CH_2)_4CHOHCH_2CH_3$	824,5
Октан-4-ол, $CH_3(CH_2)_3CHOHCH_2CH_2CH_3$	823,5
2-Метилгептан-1-ол, $CH_3(CH_2)_4CH(CH_3)CH_2OH$	805,7
3-Метилгептан-1-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(CH_3)CH_2CH_2OH$	791,8
4-Метилгептан-1-ол, $CH_3CH_2CH_2CH(CH_3)(CH_2)_2CH_2OH$	813,7
5-Метилгептан-1-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)(CH_2)_3CH_2OH$	822,3
6-Метилгептан-1-ол, $CH_3CH(CH_3)(CH_2)_4CH_2OH$	824,4
2-Метилгептан-2-ол, $CH_3(CH_2)_4C(CH_3)(OH)CH_3$	811,0
3-Метилгептан-2-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(CH_3)CH(OH)CH_3$	793,8
4-Метилгептан-2-ол, $CH_3(CH_2)_2CH(CH_3)CH_2CH(OH)CH_3$	806,2
5-Метилгептан-2-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2CH_2CH(OH)CH_3$	817,0
6-Метилгептан-2-ол, $(CH_3)_2CH(CH_2)_3CH(OH)CH_3$	810,7
2-Метилгептан-3-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(OH)CH(CH_3)_2$	828,6
3-Метилгептан-3-ол, $CH_3(CH_2)_3C(OH)(CH_3)CH_2CH_3$	833,3
4-Метилгептан-3-ол, $CH_3(CH_2)_2CH(CH_3)CH(OH)CH_2CH_3$	803,1
5-Метилгептан-3-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	822,0
6-Метилгептан-3-ол, $(CH_3)_2CH(CH_2)_2CH(OH)CH_2CH_3$	784,9
2-Метилгептан-4-ол, $(CH_3)_2CHCH_2CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	817,2
3-Метилгептан-4-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	841,2
4-Метилгептан-4-ол, $CH_3(CH_2)_2C(OH)(CH_3)CH_2CH_2CH_3$	828,0
2-Этилгексан-1-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(CH_2CH_3)CH_2OH$	835,3
3-Этилгексан-3-ол, $CH_3(CH_2)_2C(OH)(CH_2CH_3)CH_2CH_3$	841,7
Нонан-1-ол, $CH_3(CH_2)_8OH$	831,7
Нонан-2-ол, $CH_3(CH_2)_6CH(OH)CH_3$	826,7
Нонан-3-ол, $CH_3(CH_2)_5CH(OH)CH_2CH_3$	830,2
2-Метилоктан-2-ол, $CH_3(CH_2)_5C(OH)(CH_3)_2$	821,5
2-Метилоктан-3-ол, $CH_3(CH_2)_4CH(OH)CH(CH_3)_2$	833,0
3-Метилоктан-3-ол, $CH_3(CH_2)_4C(OH)(CH_3)CH_2CH_3$	836,7

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
4-Метилоктан-4-ол, $CH_3(CH_2)_3C(OH)(CH_3)(CH_2)_2CH_3$	832,3
Декан-2-ол, $CH_3(CH_2)_7CH(OH)CH_3$	829,0
Декан-3-ол, $CH_3(CH_2)_6CH(OH)CH_2CH_3$	831,0
Декан-4-ол, $CH_3(CH_2)_5CH(OH)(CH_2)_2CH_3$	828,7
Декан-5-ол, $CH_3(CH_2)_4CH(OH)(CH_2)_3CH_3$	828,8
2-Метилнонан-1-ол, $CH_3(CH_2)_6CH(CH_3)CH_2OH$	839,2
2-Метилнонан-3-ол, $CH_3(CH_2)_5CH(OH)CH(CH_3)_2$	832,0
Третбутилметиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_3$	745,3
Метилтретпентиловый эфир, $(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$	775,2
Третбутилэтиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH_3$	745,7
Этилтретпентиловый эфир, $(CH_3)_2C(OCH_2CH_3)CH_2CH_3$	774,96
Метилпропиловый эфир, $CH_3OCH_2CH_2CH_3$	730,2
Изопропилметиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH_3$	720,5
Диэтиловый эфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_3$	719,2
Бутилметиловый эфир, $CH_3O(CH_2)_3CH_3$	749,2
Изобутилметиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_3$	737,5
Бутил-2-метиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)OCH_3$	746,7
Этилпропиловый эфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_2CH_3$	741,2
Этилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH_2CH_3$	728,1
Метилпентиловый эфир, $CH_3O(CH_2)_4CH_3$	764,2
Метилтретпентиловый эфир, $CH_3CH_2(CH_3)_2COCH_3$	758,4
Бутилэтиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3OCH_2CH_3$	754,3
Этилизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH_3$	744,2
Вторбутил-этиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)COCH_2CH_3$	748,2
Дипропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2OCH_2CH_2CH_3$	751,6
Изопропилпропиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH_2CH_2CH_3$	742,5
Диизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH(CH_3)_2$	729,2
Гексилметиловый эфир, $CH_3O(CH_2)_5CH_3$	774,9
Этилпентиловый эфир, $CH_3CH_2O(CH_2)_4CH_3$	765,9
Этилизопентиловый эфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_2CH(CH_3)_2$	761,3
Бутилпропиловый эфир, $CH_3(CH_2)_2O(CH_2)_3CH_3$	763,3
Изобутилпропиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH_2CH_3$	753,3
Вторбутилпропиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH_2CH_2CH_3$	795,4
Третбутилпропиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH_2CH_3$	758,2
Бутилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO(CH_2)_3CH_3$	755,4
Изобутилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH(CH_3)_2$	744,6

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Вторбутилизопропиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH(CH_3)_2$	749,0
Третбутилизопропиловый эфир, $(CH_3)_3COCH(CH_3)_2$	746,0
Гептилметиловый эфир, $CH_3O(CH_2)_6CH_3$	783,8
Этилгексиловый эфир, $CH_3CH_2O(CH_2)_5CH_3$	777,7
Пентилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O(CH_2)_4CH_3$	774,0
Изопентилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O(CH_2)_2CH(CH_3)_2$	768,7
Изопропилпентиловый эфир, $(CH_3)_2CHO(CH_2)_4CH_3$	768,1
Изопентилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO(CH_2)_2CH(CH_3)_2$	763,4
Дибутиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3O(CH_2)_3CH_3$	772,5
Бутилизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O(CH_2)_3CH_3$	764,0
Бутилсекбутиловый эфир, $(CH_3)(CH_2H_5)CHO(CH_2)_3CH_3$	769,6
Бутилтретбутиловый эфир, $(CH_2)_3CO(CH_2)_3CH_3$	767,2
Диизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH(CH_3)_2$	754,1
Вторбутилпропиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH_2CH(CH_3)_2$	759,8
Третбутилизобутиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH(CH_3)_2$	757,4
Третбутилизобутиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH(CH_3)_2$	757,4
Дивторбутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOC(CH_3)CH_2CH_3$	767,5
Дитретбутиловый эфир, $(CH_3)_3COC(CH_3)_3$	766,2
Вторбутилтретбутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHO(CH_3)_3$	766,9
Метилоктиловый эфир, $CH_3O(CH_2)_7CH_3$	790,9
Этилгексиловый эфир, $CH_3CH_2O(CH_2)_6CH_3$	783,8
Гексилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O(CH_2)_5CH_3$	781,3
Гексилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO(CH_2)_5CH_3$	775,9
Бутилпентиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3O(CH_2)_4CH_3$	780,4
Бутил-2-метилбутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2CH_3$	775,8
Изобутилпентиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O(CH_2)_4CH_3$	774,0
Изобутилизопентиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O(CH_2)_2CH(CH_3)_2$	787,7
Вторбутилпентиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O(CH_2)_4CH_3$	777,2
Вторбутилизопентиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O(CH_2)_2CH(CH_3)_2$	772,9
Третбутилпентиловый эфир, $(CH_3)_3CO(CH_2)_4CH_3$	775,1
Третбутилизопентиловый эфир, $(CH_3)CO(CH_2)_2CH(CH_3)_2$	770,5
Метилнониловый эфир, $CH_3O(CH_2)_8CH_3$	796,6
Этилнониловый эфир, $CH_3CH_2O(CH_2)_8CH_3$	790,2
Гептилпропиловый эфир, $CH_3(CH_2)_2O(CH_2)_6CH_3$	787,8
Гептилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO(CH_2)_6CH_3$	781,7
Бутилгексиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3O(CH_2)_5CH_3$	787,0

Окончание таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Гексилизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O(CH_2)_5CH_3$	779,3
Вторбутилгексиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O(CH_2)_5CH_3$	783,9
Дипентиловый эфир, $CH_3(CH_2)_4O(CH_2)_4CH_3$	787,0
2-Метилбутилпентиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2CH_2CH_3$	783,1
Изопентил-2-метилбутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHCH_2OCH_2CH_2(CH_3)_2$	779,4
Децилметиловый эфир, $CH_3O(CH_2)_9CH_3$	801,5
Этилнониловый эфир, $CH_3CH_2O(CH_2)_8CH_3$	795,6
Октилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O(CH_2)_7CH_3$	793,9
Изопропилоктиловый эфир, $(CH_3)_2CHO(CH_2)_7CH_3$	787,9
Бутилгептиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3O(CH_2)_6CH_3$	792,8
Гексилпентиловый эфир, $CH_3(CH_2)_4O(CH_2)_5CH_3$	792,3
Децилэтиловый эфир, $CH_3CH_2O(CH_2)_9CH_3$	800,2
Нонилпропиловый эфир, $CH_3(CH_2)_4O(CH_2)_5CH_3$	798,6
Бутилоктиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3O(CH_2)_7CH_3$	797,5
Гептилпентиловый эфир, $CH_3(CH_2)_4O(CH_2)_6CH_3$	797,4
Дигексиловый эфир, $CH_3(CH_2)_5O(CH_2)_5CH_3$	800,0
Ацетон, $(CH_3)_2CO$	795,8
Бутанон, $CH_3CH_2COCH_3$	810,0

Приложение В
(обязательное)

Руководство по технике использования селективного детектирования кислорода (O-FID)

В.1 Введение

В настоящем методе газовый хроматограф оснащается пиролизером, гидрогенизатором и пламенно-ионизационным детектором. Настоящий метод позволяет определять содержание в бензине органических кислородсодержащих соединений и общее содержание кислорода.

Используя настоящий метод при оценке общего содержания кислорода (то есть органически связанного кислорода), нет необходимости определять местоположение пиков, соответствующих конкретным соединениям. Это позволяет упростить выполняемую процедуру. Считая, что площадь пика соответствующего внутреннего стандарта представляет заданное содержание кислорода, общее содержание кислорода может быть рассчитано из площади этого пика и суммы площадей всех остальных пиков, за исключением пиков, соответствующих воде и кислороду.

В.2 Реактор-пиролизер

Реактор-пиролизер, подключенный непосредственно после разделительной хроматографической капиллярной колонки, содержит нагреваемую платиново-родиевую капиллярную трубку, температура которой контролируется в соответствии с рекомендациями, содержащимися в инструкциях изготовителя оборудования.

В этих условиях, когда органическое кислородсодержащее соединение, извлеченное с использованием капиллярной колонки, поступает в реактор, любой атом кислорода образует молекулу монооксида углерода CO в соответствии с реакцией

$$C_nH_mO_x \xrightarrow{1200\ °C} xCO + \frac{m}{2}H_2 + (n - x)\,C.$$

В.3 Реактор-гидрогенизатор

В гидрогенизаторе в присутствии катализатора монооксид углерода, образовавшийся в пиролизере, превращается в метан в соответствии с реакцией

$$CO + 3H_2 \xrightarrow{350\ °C} CH_4 + H_2O.$$

В.4 Пламенно-ионизационный детектор

Количество метана (CH_4), образовавшегося в гидрогенизаторе, количественно измеряют с помощью пламенно-ионизационного детектора (FID).

В.5 Общие рабочие параметры аппаратуры, используемой при селективном детектировании кислорода

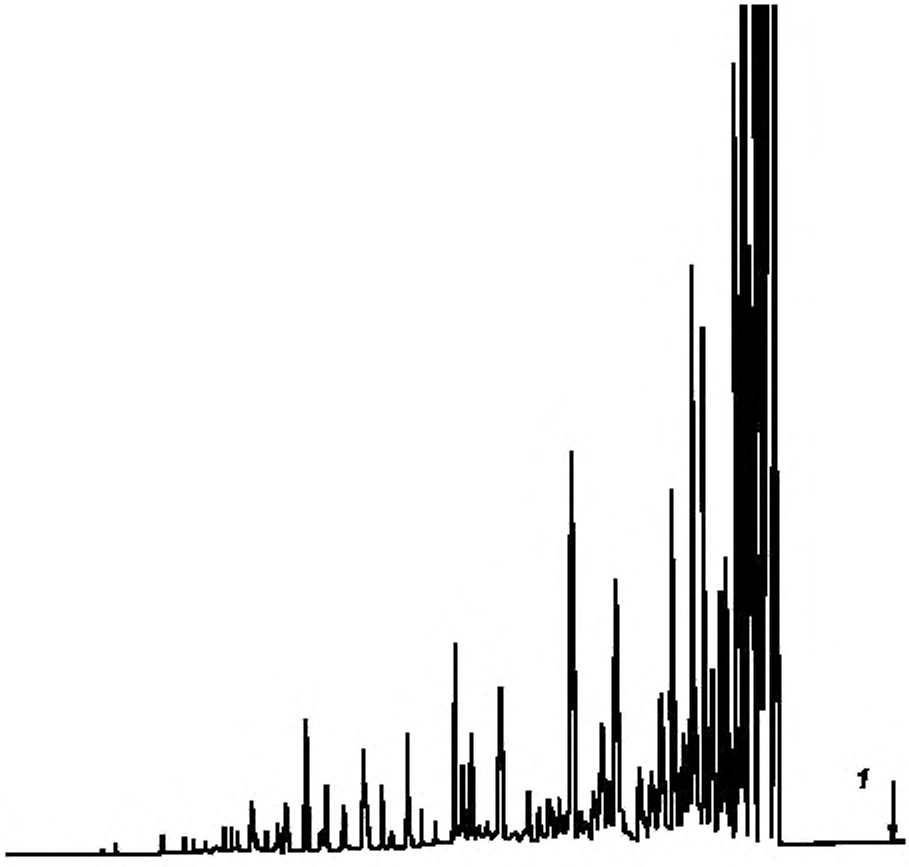
Установлено, что представленные далее параметры аппаратуры являются подходящими для настоящего метода. Если используют аналогичную аппаратуру, хорошие результаты могут достигаться при работе этой аппаратуры в условиях, которые незначительно отличаются от указанных далее. В начале выполнения анализа условия работы должны быть оптимизированы в соответствии с инструкциями изготовителя аппаратуры.

Оборудование:	Газовый хроматограф, оснащенный селективным в отношении кислорода детектором (O-FID)
Гидрогенизатор:	350 °C
Пиролизер:	1200 °C
Блок ввода пробы:	200 °C
Термостат:	30 °C — 100 °C, со скоростью 8 °C/мин
Колонка:	Капиллярная колонка 50 м × 0,32 мм (внутренний диаметр) с фазой из полиметилсилоксана или полиэтиленгликоля, имеющей поперечные межмолекулярные связи, при толщине пленки 0,5 мкм
Газ-носитель.	Азот
Разделение:	1:70
Количество вводимой пробы.	0,6 мкл.

В.6 Типовые хроматограммы, полученные при использовании универсального (FID) и селективного в отношении кислорода (O-FID) детекторов

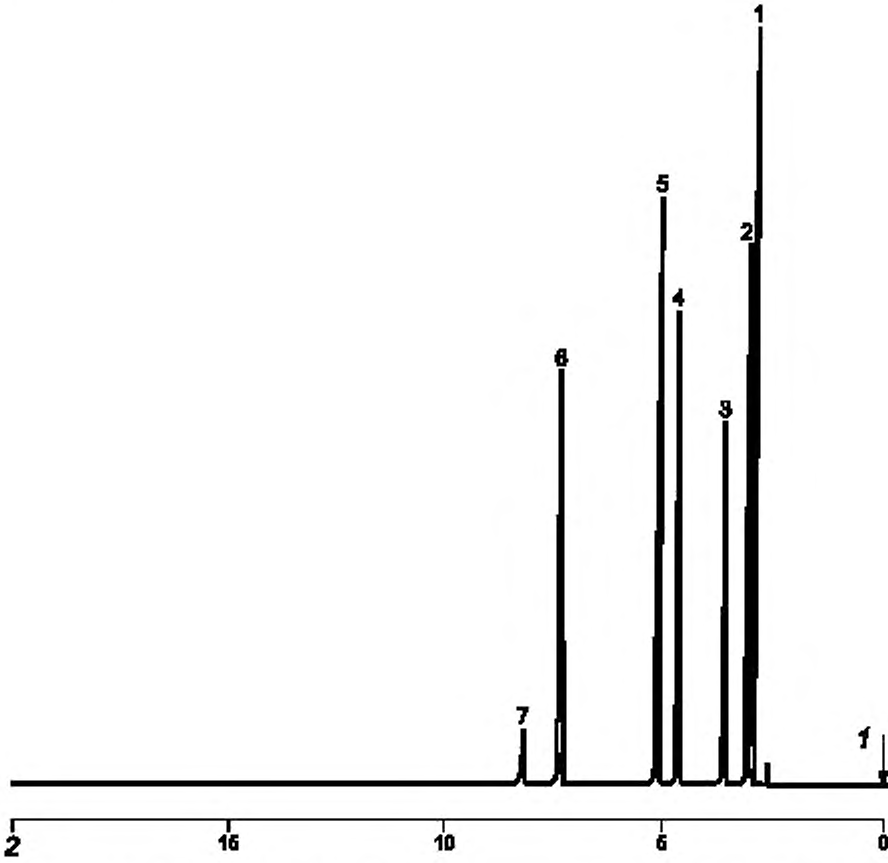
На рисунке В.1 в качестве иллюстрации показано типичное разделение всех углеводородных соединений при использовании универсального пламенно-ионизационного детектора (FID). На рисунке В.2 представлена типичная

газовая хроматограмма, показывающая определение содержания органических кислородсодержащих соединений в углеводородном сырье при использовании селективного в отношении кислорода пламенно-ионизационного детектора (O-FID).



1 — начало

Рисунок В.1 — Типовая FID-хроматограмма бензина



Пики: 1 — трет-бутил-метиловый эфир; 2 — трет-бутил-изопропиловый эфир; 3 — внутренний стандарт; 4 — 2-метил-пропан-2-ол; 5 — пропан-2-ол; 6 — бутан-2-ол; 7 — вода

Колонка: DB WAX, 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр), толщина пленки — 0,5 мкм

Температура колонки: от 45 °С (5 мин) до 150 °С со скоростью 8 °С/мин

1 — начало; 2 — время (минуты)

Рисунок В.2 — Хроматограмма бензина, пять органических кислородсодержащих соединений которого были определены при использовании селективного в отношении кислорода пламенно-ионизационного детектора (O-FID)

Приложение С
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам

Таблица С.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
ЕН ИСО 3675	*
ЕН ИСО 3838	*
ЕН ИСО 12185	*
* 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.	

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: нефтепродукты, жидкие топлива, бензин, химический анализ, определение содержания, органические кислородсодержащие соединения, кислород, газовая хроматография

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 28.08.2008. Подписано в печать 17.09.2008. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 383 экз. Зак. 1138.

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

Поправка к ГОСТ Р ЕН 1601—2007 Нефтепродукты жидкие. Бензин неэтилированный. Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора по кислороду (O-FID)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 9. Третий абзац	—	За отсутствие принимается концентрация метанола менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (раздел 1).

(ИУС № 7 2009 г.)

gost.e-ecolog.ru