МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 20846— 2012

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение серы методом ультрафиолетовой флуоресценции

(ISO 20846:2004, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 20846:2004 Petroleum products — Determination of sulfur content of automotive fuels — Ultraviolet fluorescence method (Нефтепродукты. Определение содержания серы в автомобильных топливах. Метод ультрафиолетовой флуоресценции).

Настоящий стандарт разработан на основе ГОСТ Р ЕН ИСО 20846—2006 «Нефтепродукты. Определение содержания серы методом ультрафиолетовой флуоресценции».

Стандарт разработан техническим комитетом ТС 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и межгосударственных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в связи с особенностями построения межгосударственной системы стандартизации.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 июня 2013 г. № 167-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 20846—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2013

В Российской Федерации 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 2
4 Аппаратура 2
5 Реактивы и материалы 3
6 Отбор проб 4
7 Подготовка аппаратуры 4
8 Калибровка и поверка аппаратуры 4
9 Проведение испытания 7
10 Обработка результатов 7
11 Запись результатов 8
12 Прецизионность 8
13 Протокол испытания 9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение серы методом ультрафиолетовой флуоресценции

Petroleum products. Determination of sulfur by ultraviolet fluorescence method

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на:

- автомобильные бензины, включая бензины с массовой долей кислорода не более 2,7 %;

- дизельные топлива, включая дизельное топливо с содержанием метилового эфира жирной кислоты (МЭЖК) не более 5 % об.

Стандарт устанавливает метод определения концентрации серы в диапазоне от 3 до 500 мг/кг ультрафиолетовой флуоресценцией (УФ-флуоресценцией).

Данный метод применим для испытаний других продуктов и определения других концентраций серы, однако для продуктов, отличных от моторных топлив, и результатов вне определенного диапазона прецизионность не установлена. Галогены концентрации более 3500 мг/кг мешают обнаружению серы.

Примечания

1 Катализаторы некоторых процессов, используемые в нефтяной и химической промышленности, могут быть загрязнены следовыми количествами серосодержащих материалов, содержащихся в исходном сырье.

2 Настоящий метод испытания можно использовать для определения серы в технологических потоках, а также для контроля концентрации серы в стоках.

3 В настоящем стандарте термины «процент по массе (% масс.)» и «процент по объему (% об.)» используют для представления соответственно массовой или объемной доли материала.

Применение настоящего стандарта может быть связано с применением опасных веществ, операций, оборудования. Стандарт не устанавливает меры по технике безопасности. Ответственность за установление правил техники безопасности и обязательных ограничений до применения стандарта возлагается на его пользователя.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

ISO 91-1:1992 Petroleum measurement tables — Part 1: Tables based on reference temperatures of 15 degrees C and 60 degrees F (Таблицы измерения параметров нефти и нефтепродуктов. Часть 1. Таблицы, основанные на температурах 15 °С и 60 °F)

ISO 1042:1998 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Стеклянная лабораторная посуда. Мерные колбы с одной отметкой)

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

ISO 3171:1988 Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling (Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода)

Издание официальное

ISO 3675:1998 Crude petroleum and liquid petroleum products — Laboratory determination of density — Hydrometer method (Сырая нефть и жидкие нефтепродукты. Лабораторное определение плотности. Метод с применением ареометра)

ISO 4259:1992 Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test [Нефтепродукты. Определение и применение показателей прецизионности, касающихся методов испытаний (включая техническое изменение 1:1993)]

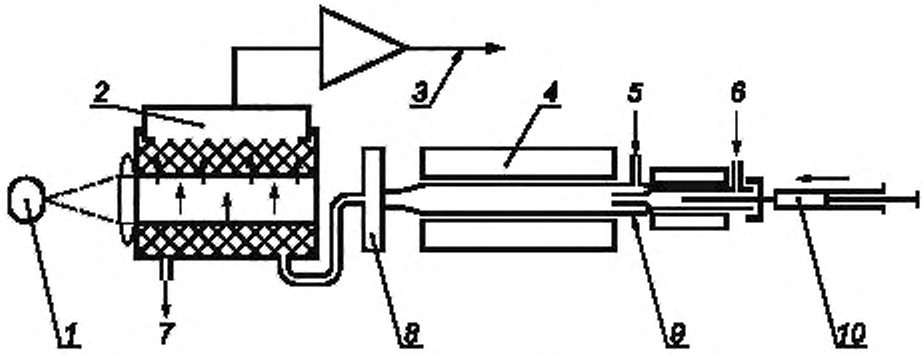
ISO 12185:1996 Crude petroleum and petroleum products — Determination of density — Oscillating U-tube method [Сырая нефть и нефтепродукты. Определение плотности. Метод с использованием колеблющейся U-образной трубки (включая техническое изменение 1:2001)]

3 Сущность метода

Образец топлива впрыскивают непосредственно в камеру детектора УФ-флуоресценции, после чего он поступает в трубку для сжигания, где при температуре от 1000 °С до 1100 °С в атмосфере, богатой кислородом, сера, присутствующая в образце, окисляется до двуокиси серы (SO_2). Воду, образующуюся во время сжигания образца, удаляют, а полученные газы сгорания подвергают действию ультрафиолетового света (УФ-света). Двуокись серы, присутствующая в газах, абсорбирует энергию УФ-света и преобразуется в возбужденную двуокись серы (SO_2). Сигнал флуоресценции, излучаемый возбужденной двуокисью серы по мере того, как она возвращается в стабильное состояние, и регистрируемый трубкой фотоумножителя, соответствует содержанию серы в образце.

4 Аппаратура

Примерная схема применяемой аппаратуры приведена на рисунке 1.



1 — УФ-источник; *2* — фотоумножитель; *3* — выходной сигнал, *4* — печь с температурой 1000 °С—1100 °С; *5* — ввод кислорода; *6* — ввод инертного газа; *7* — выход газов; *8* — пересушитель; *9* — кварцевая трубка для сжигания; *10* — микролитровый шприц

Рисунок 1 — Схема аппаратуры

4.1 Печь с электрическим устройством, способным поддерживать температуру, достаточную для пиролиза всего образца и окисления всей серы до двуокиси серы (SO_2). Печь можно устанавливать в горизонтальном или вертикальном положении.

4.2 Кварцевая трубка для сжигания, обеспечивающая непосредственное впрыскивание образца в нагретую зону окисления печи. Трубка для сжигания должна иметь два боковых отвода для ввода кислорода и газа-носителя. Секция зоны окисления должна обеспечивать полное сжигание образца. Ее можно устанавливать в горизонтальном или вертикальном положении.

4.3 Регуляторы (контроллеры) потока, обеспечивающие поддержание постоянной подачи кислорода и газа-носителя.

4.4 Пересушитель, обеспечивающий удаление водяного пара, образовавшегося во время сжигания, до измерения детектором.

4.5 Детектор УФ-флуоресценции

Селективный детектор для количественного определения серы, обеспечивающий измерение света, излучаемого при флуоресценции двуокиси серы под действием УФ-света.

Предупреждение — Осторожно. Воздействие избыточного УФ-света вредно для здоровья. Оператор должен избегать воздействия на него (особенно следует беречь глаза) непосредственно УФ-света, но также вторичной или рассеянной радиации, которая может иметь место.

4.6 Микролитровый шприц, обеспечивающий точную подачу образца в количестве от 5 до 50 мкл. Необходимую длину иглы определяют по инструкции изготовителя аппаратуры. Для вертикального положения рекомендуются шприцы с плунжером из политетрафторэтилена (ПТФЭ).

4.7 Система ввода образца может располагаться вертикально или горизонтально. Система должна иметь входное отверстие для непосредственного количественного впрыскивания анализируемого образца в поток носителя, который направляет образец в зону окисления с контролируемой и постоянной скоростью, приблизительно равной 1 мкл/с, для чего используют механизм микролитрового шприца.

Примечание — Для ввода образца можно применять лодочки, если эта система ввода образца удовлетворяет требованиям раздела 12.

4.8 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0001 г.

4.9 Мерные колбы с одной отметкой класса А по ISO 1042 соответствующей вместимости для приготовления исходного раствора (5.5) и калибровочных стандартов (5.6).

5 Реактивы и материалы

5.1 Инертный газ, аргон или гелий, высокого класса чистоты минимальной чистотой 99,998 % об.

5.2 Кислород высокого класса чистоты минимальной чистотой 99,75 % об.

Предупреждение — Осторожно. Кислород интенсивно ускоряет сжигание.

5.3 Растворитель

5.3.1 Используют растворители, указанные в 5.3.2 или 5.3.3. Допускается применение растворителей, аналогичных присутствующим в анализируемом образце. Проводят корректировку на серу, присутствующую в растворителях, используемых при приготовлении стандартных растворов или разбавлении анализируемых образцов. При использовании растворителя, в котором сигнал серы отсутствует, корректировку не делают.

5.3.2 Толуол класса х. ч.

5.3.3 Изооктан класса х. ч.

Предупреждение — Осторожно. Воспламеняющиеся реактивы.

5.4 Соединения серы

5.4.1 Соединения серы должны быть чистотой не менее 99 % масс. (5.4.1.1—5.4.1.3). Если чистота этих соединений менее 99 % масс., то концентрация и природа всех загрязнений должны быть установлены.

Альтернативой веществам, перечисленным в 5.4.1.1—5.4.1.3, являются сертифицированные эталонные материалы (СЭМ) от аккредитованных поставщиков.

Примечание — Когда содержание серы известно точно, можно применять корректировку на химические примеси.

5.4.1.1 Дибензотиофен (ДБТ) молекулярной массой 184,26, с содержанием серы 17,399 % масс.

5.4.1.2 Дибутилсульфид (ДБС) молекулярной массой 146,29, с содержанием серы 21,915 % масс.

5.4.1.3 Тионафтен (бензотиофен) (ТНА) молекулярной массой 134,20, с содержанием серы 23,890 % масс.

5.5 Исходный раствор серы с концентрацией серы 1000 мг/дм^3

Для приготовления исходного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (4.9) взвешивают точно необходимое количество соединения серы (5.4), равное: для ДБТ — 0,5748 г, для ДБС — 0,4563 г, для ТНА — 0,4186 г, и доводят до метки растворителем (5.3), обеспечив полное растворение соединения. Концентрацию серы в исходном растворе рассчитывают с точностью до 1 мг/дм^3; исходный раствор используют для приготовления калибровочных стандартов.

В качестве альтернативы исходный раствор с содержанием серы приблизительно 1000 мг/кг можно приготовить, взвесив мерную колбу вместе с соответствующим количеством соединения серы (5.4), и повторно, когда она будет заполнена до метки растворителем (5.3).

Чтобы избежать погрешностей при взвешивании, при приготовлении исходного раствора принимают меры предосторожности для предотвращения потерь растворителя и соединения серы за счет испарения (см. раздел 6).

Примечание — Срок годности исходного раствора — приблизительно три месяца при хранении при низкой температуре, обычно в холодильнике.

5.6 Калибровочные стандарты

Калибровочные стандарты готовят разбавлением исходного раствора (5.5) выбранным растворителем (5.3). Рассчитывают точное содержание серы каждого калибровочного стандарта. Калибровочные стандарты с известной концентрацией серы в миллиграммах на кубический дециметр (или содержание в миллиграммах на килограмм) можно получить разбавлением «объем/объем» (или «масса/масса» соответственно) исходного раствора в 1000 мг/дм^3 (или мг/кг соответственно). Возможны другие способы, но при применении вышеупомянутых способов устраняется введение поправки на плотность. Новые калибровочные стандарты следует готовить регулярно в зависимости от частоты применения и срока годности. При хранении при низкой температуре, обычно в холодильнике, калибровочные стандарты с содержанием серы более 30 мг/кг (или мг/дм^3) пригодны к использованию в течение одного месяца. При содержании серы ниже 30 мг/кг срок годности сокращается.

5.7 Образцы контроля качества результатов испытаний

Образцы контроля качества — стабильные представительные образцы анализируемых материалов с известным содержанием серы, определяемым по настоящему методу испытания на период времени проведения контрольных испытаний. Возможно применение товарных стандартных материалов с сертифицированным значением концентрации серы. Перед применением проверяют срок годности материала.

5.8 Стекловата (кварцевая)

При применении следуют рекомендациям изготовителя.

6 Отбор проб

6.1 Отбор проб проводят в соответствии с ISO 3170, ISO 3171.

Чтобы сохранить летучие компоненты, пробу хранят в закрытой емкости при пониженной температуре и не открывают емкость на долгое время. Пробу после отбора следует анализировать по возможности быстро, чтобы предотвратить потерю серы в пробе или загрязнение пробы при контакте с контейнером для образца.

Примечание — Пробы, отобранные при температуре ниже температуры дальнейшего хранения, могут расшириться и нарушить герметичность емкости. В этом случае емкость для пробы не заполняют до верха, над пробой оставляют воздушное пространство.

6.2 Перед отбором образца для испытания пробу перемешивают в контейнере.

7 Подготовка аппаратуры

7.1 Аппаратуру собирают и проверяют на утечку согласно инструкциям изготовителя.

7.2 Регулируют давление на входе и скорость потока каждого газа согласно инструкциям изготовителя.

7.3 В соответствии с инструкциями изготовителя устанавливают необходимую температуру печи (4.1). Для печи с одной температурной зоной, чтобы обеспечить пиролиз и окисление всей серы, необходима температура 1100 °С; для печи с двойной температурной зоной для пиролиза устанавливают температуру 750 °С и для окисления — от 1000 °С до 1100 °С.

7.4 Регулируют чувствительность прибора и стабильность базовой линии и выполняют холостой опыт по инструкциям изготовителя.

Примечание — Для прогревания аппаратуры обычно требуется не менее 30 мин.

8 Калибровка и поверка аппаратуры

8.1 Многоточечная калибровка

8.1.1 Выбирают одну из кривых, данные для которых указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Калибровочные стандарты

Кривая I. Концентрация серы, мг/дм³ или мг/кг	Кривая II. Концентрация серы, мг/дм³ или мг/кг	Кривая III. Концентрация серы, мг/дм³ или мг/кг
0,5	5	50
2	10	150
5	30	350
10	60	500

Готовят серию калибровочных стандартов необходимого диапазона концентраций серы (5.6), выполняя разбавления исходного раствора (5.5) выбранным растворителем (5.3). Количество калибровочных стандартов, используемых при построении калибровочной кривой, может быть разным, но их не должно быть менее четырех.

8.1.2 Микролитровый шприц (4.6) обильно промывают несколько раз анализируемым раствором, окончательный столбик жидкости не должен содержать пузырьков воздуха.

8.1.3 Перед использованием процедур, указанных в 8.1.3.1 или 8.1.3.2, определяют размер образца по рекомендациям изготовителя аппарата.

Примечание — Впрыскивание постоянного или близкого к нему количества образца для всех материалов, анализируемых в выбранном рабочем диапазоне, обеспечивает устойчивые условия испытания.

8.1.3.1 Для объемного измерения количества образца шприц заполняют до выбранного уровня (по рекомендациям изготовителя) и отводят плунжер так, чтобы воздух вышел, а нижний мениск жидкости попал на отметку шкалы 10 %. Записывают объем жидкости в шприце. После впрыскивания снова отводят плунжер так, чтобы нижний мениск жидкости попал на отметку шкалы 10 %, и записывают объем жидкости в шприце. Разность между двумя этими показаниями объема и есть объем впрыснутого образца.

Примечание — Вместо описанной ручной процедуры впрыскивания можно применять устройство автоматического отбора проб и впрыскивания.

8.1.3.2 При измерении количества образца по массе взвешивают шприц вместе с заполненной иглой перед вводом и шприц и иглу после ввода, чтобы определить массу введенной (испытуемой) порции для испытания.

Примечание — Для менее летучих образцов измерение массы может быть более точным, чем измерение по объему, если используют весы с точностью не менее ± 0,0001 г.

8.1.4 Когда количество образца определено и образец помещен в шприц (4.6), образец сразу количественно переносят в аппарат. При непосредственном вводе шприц тщательно вставляют во входное отверстие трубки для сжигания (4.2) и привода шприца. Дают время остаткам образца на игле сгореть (пустая игла). После этого, когда установится базовая линия, незамедлительно начинают испытание образца.

8.1.5 Каждую калибровочную кривую строят одним из способов, описанных в 8.1.5.1 и 8.1.5.2.

8.1.5.1 Для ручного построения калибровочной кривой калибровочные стандарты и холостой раствор анализируют три раза по процедуре, изложенной в 8.1.2—8.1.4. Перед определением среднего интегрированного сигнала вычитают из каждого анализа калибровочного стандарта средний сигнал холостого раствора. Строят кривую, нанося средний интегрированный сигнал детектора по оси *Y*, а по оси *X* — количество введенной серы *Q* в нанограммах. Кривая должна быть линейной с коэффициентом корреляции не менее 0,995.

Количество введенной серы *Q* рассчитывают по формуле

$$Q = m_c w_{Sc} \quad (1)$$

или

$$Q = V_c C_S, \quad (2)$$

где m_c — масса введенного калибровочного стандарта, мг, измеренная непосредственно или рассчитанная из измеренного введенного объема и плотности по следующему уравнению

$$m_c = V_c \rho_c; \quad (3)$$

w_{Sc} — концентрация серы в калибровочном стандарте, мг/кг;

V_c — объем введенного калибровочного стандарта, мл;

C_S — концентрация серы калибровочного стандарта, мг/дм³;

ρ_c — плотность калибровочного стандарта при температуре измерения, г/см³.

8.1.5.2 Если аппарат отображает на экране шаблон внутренней калибровки, анализируют калибровочные стандарты и холостой опыт три раза по 8.1.2—8.1.4. Если требуется корректировка холостого опыта, а сера отсутствует, сигнал анализатора корректируют посредством среднего отклика для каждого стандарта в зависимости от количества серы в соответствии с 8.1.5.1. Кривая должна быть линейной с коэффициентом корреляции не менее 0,995.

Примечание — Для кривой III (таблица 1) корректировку по холостому опыту можно не проводить.

8.1.6 Калибровку анализатора можно выполнить по другой калибровочной кривой, а не по тем, что приведены в таблице 1. Широко практикуется построение калибровочной кривой таким способом, что содержание серы анализируемого образца находится в середине калибровочной кривой.

8.2 Калибровка по одной точке

8.2.1 Готовят калибровочный стандарт (5.6) с концентрацией серы, близкой к концентрации серы в анализируемом образце (не более ± 50 %), выполняя разбавление исходного раствора (5.5). Калибровочный стандарт с концентрацией серы более 50 % от концентрации серы образца можно использовать, если предварительно была проверена линейность аппаратуры.

По необходимости концентрацию серы в калибровочном стандарте следует корректировать по содержанию серы выбранного растворителя (5.3.1).

Примечание — Для измерения концентрации серы в выбранном растворителе удовлетворительные результаты дает метод стандартных добавок растворителя.

8.2.2 Калибровочный стандарт анализируют по процедуре, описанной в 8.1.2—8.1.4, минимально три раза, используя соответственно порцию образца, как указано изготовителем аппаратуры.

8.2.3 Рассчитывают калибровочный коэффициент K, равный отношению числа одиночных импульсов к количеству серы в нанограммах, по формулам:

$$K = \frac{A_c}{m_c w_{Sc}} \quad (4)$$

или

$$K = \frac{A_c}{V_c C_S}, \quad (5)$$

где A_c — интегрированный отклик детектора для калибровочного стандарта, выраженный числом одиночных импульсов.

Рассчитывают среднее значение калибровочного коэффициента и проверяют, чтобы стандартное отклонение находилось в пределах принятого допуска. Когда известна концентрация серы в калибровочных стандартах в миллиграммах на килограмм и выполнены впрыскивания объема, то необходима корректировка расхождения плотности между стандартами.

8.3 Проверка

8.3.1 Проверяют достоверность калибровки, используя образцы для контроля качества результатов испытания с известной концентрацией серы, в начале серии анализов и через каждые 20 анализов в течение длительной серии испытаний.

8.3.2 Результаты сравнивают с известными значениями и связанными с ними неопределенностями. Результаты, выходящие за пределы, должны быть проанализированы. Контрольные границы устанавливают по лабораторным статистическим контрольным картам, но исходные значения контрольных границ следует установить до построения карт. Приемлемыми значениями контрольных границ являются значения предела повторяемости этого метода и значение, равное 0,7, умноженное на значение воспроизводимости.

9 Проведение испытания

9.1 Плотность пробы топлива определяют в соответствии с ISO 3675 или ISO 12185. Если температура впрыскивания образца более чем на 3 °С отличается от температуры определения плотности или если используемая плотность определена при эталонной температуре, то для расчета плотности при температуре впрыскивания можно использовать ISO 91-1.

9.2 Оценивают концентрацию серы в пробе, готовят испытуемый образец, выбирают калибровочную кривую необходимого диапазона концентраций серы, если выбрана многоточечная калибровка или если выбрана калибровка с одной точкой, готовят калибровочный стандарт (8.2). Если предполагаемая концентрация серы выше концентрации калибровочных стандартов, готовят раствор, разбавленный подобранным растворителем по объему или по массе. Когда концентрация серы в образце более 500 мг/кг, то его разбавляют до более подходящего уровня концентрации серы.

9.3 По процедуре 8.1.2—8.1.4 анализируют образец соответствующего размера, как указано изготовителем.

9.4 После проведения анализа проверяют полноту окисления испытуемого образца, обследуя трубку для сжигания и другие компоненты аппаратуры, по которым проходит поток газов. При обнаружении отложений испытание повторяют по 9.4.1 и 9.4.2.

9.4.1 Если присутствует кокс или сажа, то все части трубки сжигания чистят в соответствии с инструкциями изготовителя. После очистки и регулировки аппарат собирают и проверяют на утечки. Выполняют проверку на качество калибровки.

9.4.2 Используют уменьшенное количество образца или снижают скорость впрыскивания, или проводят и то и другое.

10 Обработка результатов

10.1 Использование многоточечной калибровки

Для анализаторов, калиброванных с использованием стандартной кривой, концентрацию серы w_S в образце, мг/кг, рассчитывают по формулам:

$$w_S = \frac{A - Y}{m S_S F_g} \tag{6}$$

или

$$w_S = \frac{A - Y}{m S_S F_v}, \tag{7}$$

где A — интегрированный отклик детектора для испытуемого образца, выраженный в числе одиночных импульсов (количестве подсчетов);

Y — пересечение стандартной кривой, выраженное в количестве одиночных импульсов (подсчетов);

m — масса впрыснутого испытуемого образца, мг, непосредственно измеренная или рассчитанная из измеренного впрыснутого объема и плотности по формуле

$$m = V\rho, \tag{8}$$

где V — объем впрыснутого испытуемого образца, выраженный в микролитрах (10^{-3} см^3);

ρ — плотность испытуемого образца при температуре измерения, г/см^3;

S_S — наклон стандартной кривой, выраженный в числе одиночных импульсов на нанограмм серы;

F_g — коэффициент гравиметрического разбавления, масса испытуемого образца/масса испытуемого образца и разбавителя, г/г;

F_v — коэффициент объемного разбавления, получаемый как отношение массы испытуемого образца к сумме объемов испытуемого образца и разбавителя, г/см^3.

10.2 Применение калибровки по одной точке

Рассчитывают концентрацию серы w_S в образце, мг/кг, по формулам:

$$w_S = \frac{A}{m K F_g} \tag{9}$$

или

$$w_S = \frac{A}{V K F_v}, \qquad (10)$$

где K — см. 8.2.3.

Если проводится разбавление при низком содержании серы, то в расчете должна быть учтена корректировка концентрации серы в растворителе.

10.3 Рассчитывают среднюю концентрацию серы образца по трем определениям.

11 Запись результатов

Записывают концентрацию серы в образце (мг/кг) до ближайшего 1 мг/кг — свыше 60 мг/кг и до ближайшего 0,1 мг/кг — ниже 60 мг/кг.

12 Прецизионность

12.1 Общие положения

Прецизионность, определенная статистическим исследованием в соответствии с ISO 4259, указана в 12.2 и 12.3.

В таблице 4 приведены оценки прецизионности для разных топлив.

12.2 Повторяемость *r*

Расхождение между двумя результатами испытания, полученными одним лаборантом на одной и той же аппаратуре при постоянно действующих условиях на идентичном материале для исследования при обычной и правильной эксплуатации метода испытания, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2 — Данные повторяемости

Концентрация серы, мг/кг	Автомобильный бензин	Дизельное топливо
От 3 до 60 включ.	$r = 0{,}0631X + 0{,}35$	$r = 0{,}0553X + 0{,}55$
Св. 60 до 500 включ.	$r = 0{,}0417X + 1$	$r = 0{,}0285X + 2$
Примечание — X — среднее значение сравниваемых результатов.		

12.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными лаборантами, работающими в разных лабораториях, на идентичном материале для исследования при обычной и правильной эксплуатации метода испытания, может превышать значения, приведенные в таблице 3, только в одном случае из двадцати.

Таблица 3 — Данные воспроизводимости

Концентрация серы, мг/кг	Автомобильный бензин	Дизельное топливо
От 3 до 60 включ.	$R = 0{,}1749X + 0{,}96$	$R = 0{,}1120X + 1{,}12$
Св. 60 до 500 включ.	$R = 0{,}1573X + 2$	$R = 0{,}1080X + 2$
Примечание — X — среднее значение сравниваемых результатов.		

Таблица 4 — Повторяемость *r* и воспроизводимость *R*

Концентрация серы, мг/кг	Повторяемость		Воспроизводимость	
	Автомобильный бензин	Дизельное топливо	Автомобильный бензин	Дизельное топливо
10	1,0	1,1	2,7	2,2
30	2,2	2,2	6,2	4,5
50	3,5	3,3	9,7	6,7

Окончание таблицы 4

Концентрация серы, мг/кг	Повторяемость		Воспроизводимость	
	Автомобильный бензин	Дизельное топливо	Автомобильный бензин	Дизельное топливо
100	5	5	18	13
350	16	12	57	40
500	22	16	81	56

13 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:
- ссылку на настоящий стандарт;
- тип и полную идентификацию испытуемого продукта;
- результат испытания (раздел 12);
- любое отклонение испытания по данной методике от стандартных методик;
- дату проведения испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 91-1:1992 Таблицы измерения параметров нефти и нефтепродуктов. Часть 1. Таблицы, основанные на температурах 15 °C и 60 °F	—	*
ISO 1042:1998 Стеклянная лабораторная посуда. Мерные колбы с одной отметкой	NEQ	ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ISO 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	NEQ	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ISO 3171:1988 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода	NEQ	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ISO 3675:1998 Сырая нефть и жидкие нефтепродукты. Лабораторное определение плотности. Метод с применением ареометра	NEQ	ГОСТ 3900—85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности
ISO 4259:1992 Нефтепродукты. Определение и применение показателей прецизионности, касающихся методов испытаний (включая техническое изменение 1.1993)	—	*
ISO 12185:1996 Сырая нефть и нефтепродукты. Определение плотности. Метод с использованием колеблющейся U-образной трубки (включая техническое изменение 1:2001)	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 621.829:543.06:006.354 МКС 75.180, 75.160.30 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, бензин, дизельное топливо, сера, ультрафиолетовая флуоресценция

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

Сдано в набор 26.11.2013. Подписано в печать 09.12.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 70 экз. Зак. 1460.

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