МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
29040—
2018**

БЕНЗИНЫ

Метод определения бензола и суммарного содержания ароматических углеводородов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (АО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июня 2018 г. № 53)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 сентября 2018 г. № 563-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 29040—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 29040—91

*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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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 2
6 Отбор проб 3
7 Подготовка к испытанию 3
8 Проведение испытания 3
9 Обработка результатов 5
10 Прецизионность метода 6
Приложение А (справочное) Плотность ароматических углеводородов, идентифицированных по хроматограмме 8

Поправка к ГОСТ 29040—2018 Бензины. Метод определения бензола и суммарного содержания ароматических углеводородов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Украина	UA	Минэкономразвития Украины

(ИУС № 2 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

Метод определения бензола и суммарного содержания ароматических углеводородов

Gasolines. Method for determination of benzene and total aromatics

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения бензола от 1,0 % до 10,0 % и суммарного содержания ароматических углеводородов в автомобильных бензинах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3900—85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9385—2013 Этилбензол технический. Технические условия.

ГОСТ 12329—77 Нефтепродукты и углеводородные растворители. Метод определения анилиновой точки и ароматических углеводородов

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

3 Сущность метода

3.1 Сущность метода заключается в хроматографическом разделении углеводородов бензина на высокополярной селективной неподвижной фазе, обеспечивающей элюирование бензола после насыщенных и олефиновых углеводородов, и определении массовой и объемной доли бензола и суммарного содержания ароматических углеводородов.

3.2 Продолжительность определения — от 10 до 40 мин.

4 Аппаратура

4.1 Хроматограф с детектором по теплопроводности или пламенно-ионизационным детектором, интегратором и колонкой из нержавеющей стали длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм. Газовое питание хроматографа осуществляется по инструкции, прилагаемой к прибору.

Примечание — Допускается применять любые аналитические хроматографы с детектором по теплопроводности или пламенно-ионизационным детектором, с электронными средствами поддержания скорости или давления потока газа-носителя, водорода и воздуха для пламенно-ионизационного детектора, с автоматизированной обработкой полученной информации с помощью программного обеспечения.

4.1.1 Твердые носители:

- хроматон N-AW-HMDS (0,20—0,25 мм), цветохром ДМДХС или аналогичный носитель, обработанный кислотой;
- хромосорб PAW (0,15—0,18 мм).

4.1.2 Неподвижная фаза:

- 1, 2, 3, 4, 5, 6-гексакис-бета (цианэтокси) гексан (ГЦЭГ);
- нитрилсиликон (OV-275).

4.1.3 Микрошприц вмесимостью 1 мкдм^3 (1 мкл) с ценой деления 0,02 мкдм^3 (0,02 мкл).

4.2 Секундомер с ценой деления не более 0,2 с.

4.3 Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

4.4 Цилиндр на 100 см^3 по ГОСТ 1770.

4.5 Весы неавтоматического действия класса точности I с наибольшим пределом взвешивания 210 г в соответствии с ГОСТ OIML R 76-1 или ГОСТ 24104.

4.6 Баня водяная любого типа.

4.7 Линейка измерительная с ценой деления шкалы не более 1 мм.

4.8 Лупа измерительная с ценой деления шкалы не более 1 мм.

Примечание — Допускается применять аппаратуру, технические и метрологические характеристики которой не хуже указанных в настоящем стандарте.

5 Реактивы и материалы

5.1 Растворители:

5.1.1 Хлороформ, ч., по ГОСТ 20015.

5.1.2 Ацетон, ч., по ГОСТ 2603;

5.1.3 Спирт этиловый по ГОСТ 18300;

5.1.4 Петролейный эфир.

5.2 Эталоны для хроматографии:

5.2.1 Бензол[1)].

5.2.2 Толуол[2)].

5.2.3 Этилбензол по ГОСТ 9385.

5.2.4 *о*-Ксилол[3)].

[1)] В Российской Федерации — по ТУ 6-09-779—76 «Бензол для хроматографии квалификации химически чистый. Технические условия».

[2)] В Российской Федерации — по ТУ 6-09-786—76 «Толуол для хроматографии квалификации химически чистый [ХЧ]. Технические условия».

[3)] В Российской Федерации — по ТУ 6-09-915—76 «*о*-Ксилол для хроматографии (*о*-диметилбензол) химически чистый. Технические условия».

5.2.5 *м*-Ксилол[1)].
5.2.6 *п*-Ксилол[2)].
5.2.7 Нонан[3)].
5.2.8 Декан[4)].
5.2.9 Додекан[5)].
5.2.10 1, 2, 4-Триметилбензол[6)].
5.2.11 1, 3, 5-Триметилбензол[7)].
5.3 Алкилбензин (алкилат)[8)] или бензин деароматизированный по ГОСТ 12329.

Примечание — Допускается применять реактивы, выпускаемые по другой технической документации или квалификации не хуже указанной в настоящем стандарте.

6 Отбор проб

Если нет других указаний, пробы отбирают по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873 и/или в соответствии с требованиями национальных стандартов и правилами отбора проб испытуемого продукта.

7 Подготовка к испытанию

7.1 Приготовление насадки для колонки

Насадку готовят в зависимости от анализируемого бензина.

7.1.1 Для анализа бензинов с температурой кипения до 205 °С готовят насадку массой (10,0 ± ± 0,5) г, из которых 10 % составляет неподвижная фаза ГЦЭГ и 90 % — твердый носитель хроматон N-AW-HMDS. В качестве растворителя используют 100 $см^3$ хлороформа.

7.1.2 Для анализа бензинов с температурой кипения до 215 °С готовят насадку массой (17,0 ± ± 0,5) г, из которых 30 % составляет неподвижная фаза OV-275 и 70 % — твердый носитель хромосорб PAW. В качестве растворителя используют 100 $см^3$ ацетона.

Готовят насадку в вытяжном шкафу на водяной бане при постоянном осторожном перемешивании до полного удаления растворителя.

7.2 Подготовку хроматографической колонки и заполнение ее насадкой осуществляют в соответствии с инструкцией изготовителя хроматографа.

7.3 Присоединяют колонку к испарителю хроматографа и термостатируют в потоке газа-носителя при температуре от 50 °С при программировании температуры со скоростью 2 °С/мин до 140 °С с неподвижной фазой ГЦЭГ или до 160 °С с неподвижной фазой OV-275. Выдерживают 3 ч при максимальной температуре. Затем охлаждают термостат и соединяют колонку с детектором.

8 Проведение испытания

8.1 Включение хроматографа, установку заданных параметров, настройку электрических блоков и регистратора проводят по инструкции изготовителя, прилагаемой к прибору.

8.2 Оптимальные условия проведения испытания бензина приведены в таблице 1.

---

1) В Российской Федерации — по ТУ 6-09-4565—77 «*м*-Ксилол для хроматографии (*м*-диметилбензол) химически чистый. Технические условия».

2) В Российской Федерации — по ТУ 6-09-4609—78 «*п*-Ксилол для хроматографии (*п*-диметилбензол) для хроматографии химически чистый. Технические условия».

3) В Российской Федерации — ТУ 6-09-660—76 «Нонан для хроматографии квалификации химически чистый. Технические условия».

4) В Российской Федерации — ТУ 6-09-659—77 «Декан для хроматографии химически чистый. Технические условия».

5) В Российской Федерации — ТУ 6-09-3730—74 «Додекан «чистый». Технические условия».

6) В Российской Федерации — ТУ 6-09-785—76 «Псевдокумол для хроматографии (1,2,4-триметилбензол) квалификации химически чистый. Технические условия».

7) В Российской Федерации — ТУ 6-09-2439—79 «Мезитилен (1,3,5-триметилбензол) «ч». Технические условия».

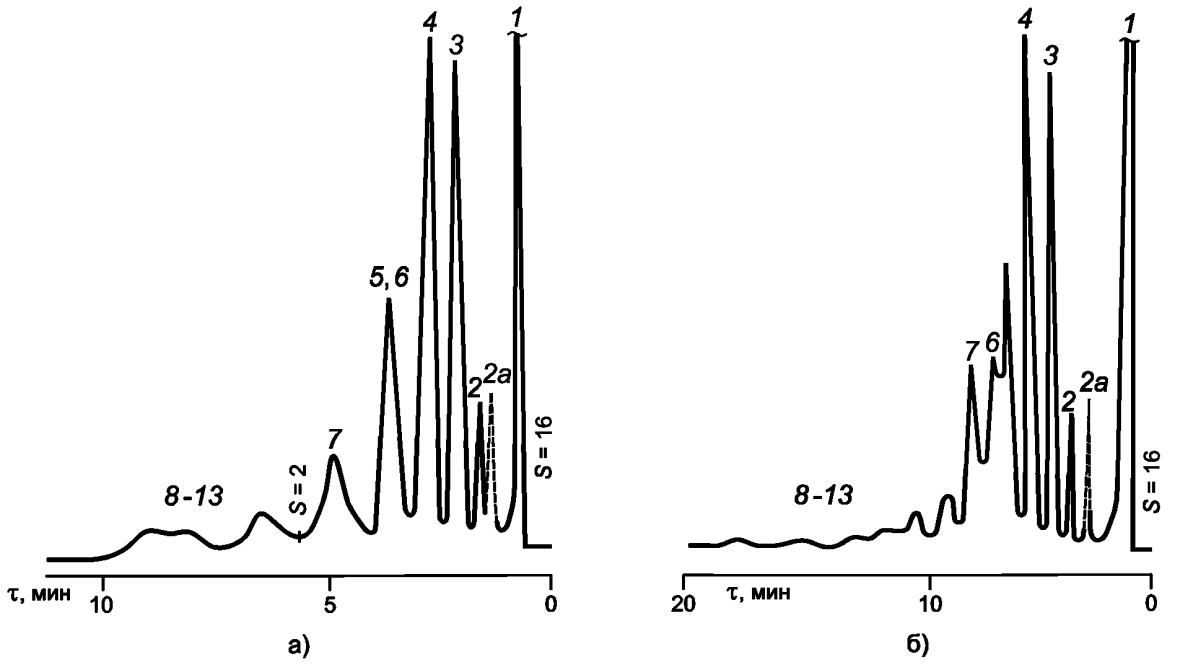
8) В Российской Федерации — ТУ 38.101372—84 «Алкилбензин (алкилат). Технические условия».

Таблица 1 — Условия испытания бензинов

Показатель	Значение
Скорость диаграммной ленты, мм/ч:	
- при работе с ГЦЭГ	600; 720
- при работе с OV-275	240; 300
Объем образца, мкдм^3 (мкл)	1
Температура термостата колонки, °С:	
- при работе с ГЦЭГ	90—110
- при работе с OV-275	150
Температура испарителя, °С	250
Температура детектора, °С	150
Ток детектора по теплопроводности, мА	150
Расход газа-носителя, см^3/мин	30—40
Расход газов для пламенно-ионизационного детектора, см^3/мин:	
- водород	30
- воздух	300

Допускается изменять условия проведения анализа бензинов при применении других твердых носителей при условии, что бензол должен элюироваться после додекана, а четкость разделения углеводородов должна быть не хуже чем на приведенных хроматограммах (см. рисунок 1).

8.3 Проводят расчет по хроматограмме с помощью интегратора (системы обработки данных) или ручным способом.



а) Фаза ГЦЭГ; б) Фаза OV-275

1 — неароматические углеводороды; *2* — бензол; *2а* — додекан; *3* — толуол; *4* — этилбензол, *п*-, *м*-ксилол; *5, 6* — *о*-ксилол, ароматические углеводороды C_9; *7—13* — ароматические углеводороды C_9 — C_{10}

Рисунок 1 — Хроматограммы бензина АИ-92 и внутреннего стандарта (додекан)

9 Обработка результатов

9.1 Определение поправочных коэффициентов

9.1.1 Для установления поправочных коэффициентов чувствительности детектора к углеводородам относительно стандарта (бензола), поправочный коэффициент для которого принимается равным 1, готовят три—пять калибровочных смесей, имитирующих анализируемый бензин. Например, готовят смесь, приведенную в таблице 2.

Таблица 2 — Состав смеси, имитирующей бензин

Компонент	Содержание, % масс.
Алкилат (или бензин деароматизированный)	50—45
Нонан	4—5
Декан	1—2
Бензол	5—2
Толуол	7—10
Этилбензол	3—4
п-Ксилол	5—4
м-Ксилол	15—20
о-Ксилол	5—4
Итого:	ΣC_i
Ароматический углеводород C_9	$100\text{-}\Sigma C_i$

Анализ смеси проводят при условиях, указанных в таблице 1. Поправочный коэффициент чувствительности детектора к углеводороду K_i вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{cm}}{m_{cm} \cdot S_i}, \quad (1)$$

где m_i — масса компонента в калибровочной смеси, г;

S_{cm} — площадь пика компонента, выбранного в качестве стандарта в калибровочной смеси;

m_{cm} — масса компонента, выбранного в качестве стандарта (бензол), в калибровочной смеси, г;

S_i — площадь пика компонента в калибровочной смеси.

9.2 Хроматограмму бензина рассчитывают методом внутренней нормализации (сумма площадей всех пиков на хроматограмме принимается равной 100 % с учетом поправочных коэффициентов).

Массовую долю бензола X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_2 \cdot K_2}{\sum_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i} \cdot 100, \quad (2)$$

где S_2 — площадь пика бензола;

K_2 — поправочный коэффициент бензола, равный 1;

$\sum_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i$ — сумма площадей пиков с учетом поправочных коэффициентов.

Суммарную массовую долю ароматических углеводородов X_a в процентах вычисляют по формуле

$$X_a = \frac{\sum_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i - S_1 \cdot K_1}{\sum_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i} \cdot 100, \quad (3)$$

где $\sum_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i$ — сумма площадей пиков с учетом поправочных коэффициентов;

S_1 — площадь пика насыщенных и олефиновых углеводородов;

K_1 — поправочный коэффициент чувствительности для насыщенных и олефиновых углеводородов.

9.3 При определении массовой доли только бензола в бензине можно использовать метод внутреннего стандарта. В качестве внутреннего стандарта рекомендуется использовать додекана или ундекана в качестве 3 % — 5 %. Для установления поправочного коэффициента внутреннего стандарта готовят смесь с додеканом или ундеканом, аналогично 9.1.1.

Массовую долю бензола X_i, %, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i}{S_{cm} \cdot K_{cm}} \cdot 100R, \quad (4)$$

где S_i, S_{cm} — площади пиков бензола и внутреннего стандарта;

R — отношение массы внутреннего стандарта к массе анализируемой смеси (без стандарта);

K_i, K_{cm} — поправочные коэффициенты чувствительности бензола и внутреннего стандарта.

9.4 Объемную долю бензола X' , %, вычисляют по формуле

$$X' = \frac{\rho_1 \cdot X}{\rho_2}, \quad (5)$$

где ρ_1 — плотность бензина по ГОСТ 3900, г/см^3;

X — массовая доля бензола, %;

ρ_2 — плотность бензола при температуре 20 °С, равная 0,879 г/см^3.

Суммарную объемную долю ароматических углеводородов X'_a, %, вычисляют по формуле

$$X'_a = \frac{\rho_1 \cdot X_a}{\rho_a}, \quad (6)$$

где ρ_a — плотность ароматических углеводородов, рассчитанная согласно составу анализируемого бензина по формуле

$$\rho_a = \frac{\sum_{i=1}^{n} \rho_i \cdot X_i}{X_a}, \quad (7)$$

где X_i, ρ_i — массовая доля, определяемая по формуле (1), и плотность индивидуальных ароматических углеводородов и групп ароматических углеводородов, элюируемых одним пиком на хроматограмме и рассчитанных на основании индивидуального углеводородного состава бензина риформинга. Плотности индивидуальных ароматических углеводородов и групп ароматических углеводородов, идентифицированные на хроматограмме, приведены в приложении А.

9.5 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух последовательных определений, которое округляют до десятичного знака.

10 Прецизионность метода

10.1 Повторяемость *r*

Расхождение между двумя последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором, работающим на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытательном материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать приведенное на рисунке 2 значение для большего результата массовой (объемной) доли бензола и 1,0 % для суммарной массовой (объемной) доли ароматических углеводородов только в одном случае из двадцати.

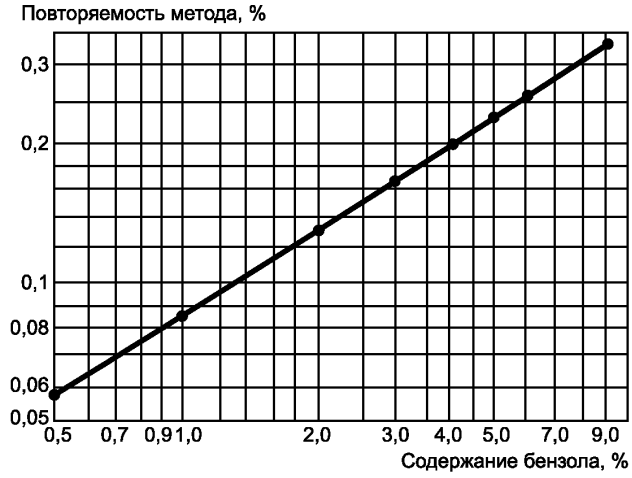


Рисунок 2 — Повторяемость

10.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытательном материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать 0,4 % для массовой (объемной) доли бензола и 2,0 % — для суммарной массовой (объемной) доли ароматических углеводородов только в одном случае из двадцати.

Приложение А
(справочное)

Плотность ароматических углеводородов, идентифицированных по хроматограмме

Таблица А.1 — Плотность ароматических углеводородов, идентифицированных по хроматограмме

Номер пика на хроматограмме	Углеводороды	Плотность, г/см^3
2	Бензол	0,8790
3	Толуол	0,8670
4	Этилбензол, *п*-, *м*-ксилол	0,8640
5, 6	*о*-ксилол, ароматические C_9	0,8760
7—13	Ароматические C_9—C_{10}	0,8676

УДК 665.73:665.632:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: бензины, метод определения бензола и суммарного содержания ароматических углеводородов

БЗ 7—2018/82

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 06.09.2018. Подписано в печать 17.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru