МКС 75.160.20

к СТБ ЕН 13132-2006 Нефтепродукты жидкие. Бензин неэтилированный. Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием переключающихся колонок

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.3. Формула (5)	$\varphi_i = \frac{V_i}{V_s}$	$\varphi_i = \frac{V_i \cdot 100}{V_s}$
Пункт 8.3. Формула (7)	$V_i = \frac{m_i \cdot 100}{\rho_i}$	$V_i = \frac{m_i \cdot 1000}{\rho_i}$

(ИУ ТНПА № 9 2007)

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ЕН 13132-2006

Нефтепродукты жидкие

БЕНЗИН НЕЭТИЛИРОВАННЫЙ

Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием переключающихся колонок

Нафтапрадукты вадкія

БЕНЗІН НЕЭТЫЛІРАВАНЫ

Вызначэнне арганічных злучэнняў, якія змяшчаюць кісларод, і агульнага змяшчэння арганічна звязанага кіслароду метадам газавай храматаграфіі з выкарыстаннем калонак, якія пераключаюцца

(EN 13132:2000, IDT)

Издание официальное

БЗ 2-2006



Госстандарт
Минск

УДК 665.73.033.54.014:543.544.42(083.74)(476) МКС 75.160.20 КП 03 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты жидкие, бензины неэтилированные, соединения органические кислородсодержащие, хроматография газовая

ОКП 02 5130
ОКП РБ 23.20

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации»

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
ВНЕСЕН отделом стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 17 марта 2006 г. № 13

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 13132:2000 Flüssige Mineralölerzeugnisse. Unverbleite Ottokraftstoffe. Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des Gesamtgehaltes an organisch gebundenem Sauerstoff mittels Gaschromatographie mit Säulenschaltung (ЕН 13132:2000 «Нефтепродукты жидкие. Бензин неэтилированный. Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием переключающихся колонок»).
Европейский стандарт разработан СЕН/ТК 19
Перевод с немецкого языка (de).
Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.
Сведения о соответствии европейских стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных и модифицированного государственного стандарта, приведены в дополнительном приложении Д.А.
Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Реактивы и материалы 2
5 Аппаратура 3
6 Отбор проб 4
7 Проведение испытания 4
8 Расчеты 5
9 Выражение результатов 6
10 Точность метода 6
11 Протокол испытания 7
Приложение А (обязательное) Плотность органических кислородсодержащих соединений при температуре 15 °С 8
Приложение В (справочное) Пояснения к методу определения с использованием переключающихся колонок 12
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии европейских стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных и модифицированного государственных стандартов 15

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты жидкие
БЕНЗИН НЕЭТИЛИРОВАННЫЙ
Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием переключающихся колонок

Нафтапрадукты вадкія
БЕНЗІН НЕЭТЫЛІРАВАНЫ
Вызначэнне арганічных злучэнняў, якія змяшчаюць кісларод, і агульнага змяшчэння арганічна звязанага кіслароду метадам газавай храматаграфіі з выкарыстаннем калонак, якія пераключаюцца

Liquid petroleum products
Unleaded petrol. Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen content by gas chromatography using column switching

Дата введения 2006-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения органических кислородсодержащих соединений при их содержании от 0,17 % до 15 % (m/m) и общего содержания органически связанного кислорода, превышающего 3,7 % (m/m), в неэтилированном бензине, имеющем температуру конца кипения не выше 220 °С.

Примечание 1 – Температура конца кипения может быть определена в соответствии с прЕН ИСО 3405:1998[1)].

Примечание 2 – В настоящем стандарте обозначения «% (m/m)» и «% (V/V)» применяются для выражения массовой или объемной доли в процентах.

Настоящий стандарт применяется для определения кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода в неэтилированном бензине, соответствующем Директивам ЕС.[2)]

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

2 Нормативные ссылки

Настоящий стандарт содержит требования из других публикаций посредством датированных и недатированных ссылок. При датированных ссылках на публикации последующие изменения или последующие редакции этих публикаций действительны для настоящего стандарта только в том случае, если они введены в действие путем изменения или путем подготовки новой редакции. При недатированных ссылках на публикации действительно последнее издание приведенных публикаций.

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ЕН ИСО 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб

[1)] прЕН ИСО 3405:1998 Нефтепродукты. Определение дистилляционных характеристик при атмосферном давлении.

[2)] Директива 85/210/ЕЭС «Директива по сближению законодательств государств-членов, касающаяся содержания свинца в топливе», Директива 85/536/ЕЭС «Директива по экономии сырой нефти за счет применения заменяющих компонентов в бензине».

Издание официальное

ЕН ИСО 3171 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов

ЕН ИСО 3675 Нефть сырая и нефтепродукты. Лабораторное определение плотности. Метод с применением ареометра

ЕН ИСО 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний

ЕН ИСО 3838 Нефть сырая, жидкие или твердые нефтепродукты. Определение плотности или относительной плотности. Метод с применением капиллярного пикнометра с пробкой и градуированного двухкапиллярного пикнометра

ЕН ИСО 12185 Нефть сырая и жидкие нефтепродукты. Определение плотности. Метод с применением осциллирующей U-образной трубки

3 Сущность метода

Кислородсодержащие соединения от пробы отделяют в первой капиллярной колонке. Во второй капиллярной колонке кислородсодержащие органические соединения разделяются и определяются отдельно при помощи пламенно-ионизационного детектора.

Примечание – Пояснения к методу определения с использованием переключающихся колонок приведены в приложении В.

4 Реактивы и материалы

В настоящем методе применяют только реактивы и вещества с соответствующей степенью чистоты и воду класса 3 ЕН ИСО 3696.

4.1 Газ-носитель

Водород, гелий, азот, не содержащие углеводороды.

Предупреждение. Смесь водорода и воздуха, содержащая водород от 4 % до 75 % (V/V), является взрывоопасной. Все подводящие водород соединительные части и стыки должны быть газонепроницаемыми, чтобы предотвратить выход водорода в закрытое помещение.

4.2 Реактивы для приготовления калибровочных смесей

Степень чистоты реактивов должна быть не менее 99 % (m/m)

В состав калибровочных смесей могут входить следующие реактивы:

- метанол [CH_3OH] [метиловый спирт; MeOH];
- этанол [CH_3CH_2OH] [этиловый спирт; EtOH];
- пропанол-1 [$CH_3CH_2CH_2OH$] [пропиловый спирт; NPA];
- пропанол-2 [$(CH_3)_2CH\ OH$] [изопропиловый спирт; IPA];
- бутанол-1 [$CH_3(CH_2)_3OH$] [бутиловый спирт; NBA];
- бутанол-2 [$CH_3CH(OH)CH_2CH_3$] [втор-бутиловый спирт; SBA];
- 2-метилпропанол-2 [$(CH_3)_3COH$] [трет-бутиловый спирт; TBA];
- 2- метилпропанол-1 [$(CH_3)_2CHCH_2OH$] [изобутиловый спирт; IBA];
- пентанол-2 [$CH_3CH(OH)CH_2CH_2CH_3$] [втор-амиловый спирт; SAA];
- трет-бутилметиловый эфир [$(CH_3)_3COCH_3$] [метил-трет-бутиловый эфир; MTBE];
- метил-трет-амиловый эфир [$(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$] [амилметиловый эфир; TAME];
- этил-трет-амиловый эфир [$(CH_3)_2C(OCH_2CH_3)CH_2CH_3$] [этил-трет-амиловый эфир; ETAE];
- ацетон [$(CH_3)_2CO$];
- бутанон [$CH_3CH_2COCH_3$] [метилэтилкетон; MEK];
- трет-этилбутиловый эфир [$(CH_3)_3CO\ CH_2CH_3$] [этил-трет-бутиловый эфир; ETBE].

4.3 «Внутренние эталоны»

Применяют один из реактивов, приведенных в 4.2. Если в испытуемой пробе содержатся все перечисленные соединения, то применяют другие органические кислородсодержащие соединения, имеющие такую же чистоту и близкую по значению температуру кипения.

4.4 Топливо, не содержащее органических кислородсодержащих компонентов и н-гептан

Топливо, в котором установлено отсутствие органических кислородсодержащих соединений и н-гептана в соответствии с настоящим методом испытания.

5 Аппаратура

В настоящем методе используют стандартные лабораторные приборы и стеклянную посуду, а также перечисленное ниже оборудование:

5.1 Устройства для газовой хроматографии

5.1.1 Газовый хроматограф, оборудованный устройством для переключения колонок и оснащенный программируемым терморегулятором для контроля температуры или двумя терморегуляторами (при использовании соответствующего газового хроматографа), а также пламенно-ионизационный детектор (ПИД).

Примечание – Рекомендуется использовать полностью стеклянную систему (от места ввода пробы до детекторного устройства), так как органические кислородсодержащие компоненты топлива могут привести к коррозии или изменению времени удерживания при использовании систем с металлическими деталями.

5.1.2 Две капиллярные колонки

Примечание – Требования к рекомендуемым колонкам приведены в приложении В.

Колонки покрывают изнутри слоем резины или воска так, чтобы степень разделения соединений и топлива, а также отдельных соединений после элюирования из второй колонки составляла не менее 1.

Степень разделения R пиков A и B (рисунок 1) рассчитывают по формуле

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

где t'_A – время удерживания компонента A, с;

t'_B – время удерживания компонента B, с;

W_A – ширина пика на половине высоты компонента A;

W_B – ширина пика на половине высоты компонента B, s;

1,18 – коэффициент приведенной формулы степени разделения пиков.

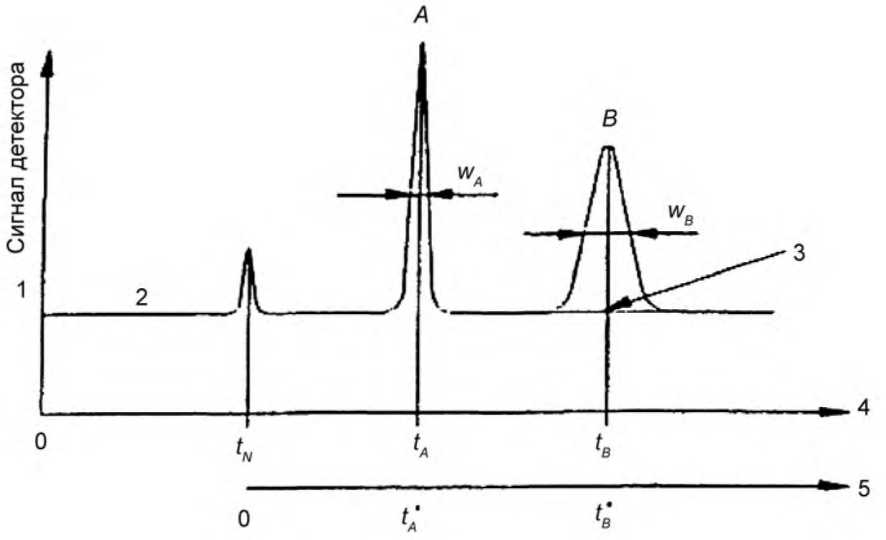
5.1.3 Прибор для контроля скорости потока газа-носителя

5.1.4 Самопишущее устройство и (или) интегратор

Усилитель и потенциометрическое пишущее либо интегрирующее устройство или система обработки данных, которые представляют параметры в зависимости от площади пика.

5.2 Инжекторное устройство

5.3 Сосуд для пробы вместимостью от 10 до 100 мл, оснащенный герметизирующей резиновой пробкой, имеющей покрытие политетрафторэтиленом (ПТФЭ).



1 – старт;
2 – нулевая линия;
3 – основная линия;
4 – линия оси времени;
5 – линия оси времени.

Примечание – t_N обозначает нулевое время колонки, т. е. время прохождения инертного компонента, например метана, через колонку, когда не происходит хроматографическое разделение.

Рисунок 1 – Параметры для расчёта степени разделения пиков А и В

6 Отбор проб

Если не установлены другие требования, пробы отбирают в соответствии с ЕН ИСО 3170 или ЕН ИСО 3171. Допускается отбирать пробы в соответствии с требованиями других стандартов, устанавливающих методы отбора проб бензинов.

7 Проведение испытания

7.1 Подготовка аппаратуры

7.1.1 Общие положения

Прибор подготавливают к проведению испытания в соответствии с рекомендациями изготовителя и согласно условиям испытания.

7.1.2 Газ-носитель

Величину давления и скорость потока газа-носителя регулируют так, чтобы степень разделения соответствовала требованиям 5.1.2.

7.2 Калибровка

Калибровочную смесь приготавливают путем смешивания необходимого количества органического кислородсодержащего компонента (4.2) с «внутренним эталоном» (4.3) и разбавляют топливом или н-гептаном (4.4) до необходимой массы.

Примечание – Калибровочная смесь должна содержать в аналогичных пропорциях те же органические кислородсодержащие соединения, что и испытуемая проба.

Определенное количество калибровочной смеси вводят в газовый хроматограф таким образом, чтобы не было превышения пропускной способности колонок или других элементов измерительной системы и не нарушилась линейная зависимость сигнала детектора.

Определяют и записывают время удерживания t_i всех определяемых компонентов смеси. Калибровочный коэффициент f_i рассчитывают для всех определяемых компонентов по формуле

$$f_i = \frac{m_i \cdot A_{st}}{A_i \cdot m_{st}}, \quad (2)$$

где m_i – масса i-го компонента в калибровочной смеси, г;
A_{st} – площадь пика «внутреннего эталона», мкВ/с или мм^2;
A_i – площадь пика i-го компонента, мкВ/с или мм^2;
m_{st} – масса «внутреннего эталона» в калибровочной смеси, г.

Значения калибровочного коэффициента записывают для каждого отдельного компонента.

7.3 Определение плотности

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

7.4 Подготовка анализируемой пробы

Пробу охлаждают до температуры 5 °С – 10 °С. Не укупоренный сосуд для пробы (5.3) вместе с резиновой пробкой взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Определенное количество «внутреннего эталона» (4.3) помещают в сосуд для пробы, закрывают пробкой и взвешивают вместе с содержимым с точностью до 0,1 мг. Масса m_{st} «внутреннего эталона» (в граммах) должна составлять от 2 % до 5 % (m/m) от массы пробы m_s, но не должна быть менее 0,050 г. Порцию охлажденной пробы обычно в количестве 5 – 100 мл помещают в сосуд для пробы и укупоривают пробкой. Сосуд для пробы с содержимым взвешивают с точностью до 0,1 мг. Массу испытуемой пробы m_s в граммах записывают с точностью до 0,1 мг. Рассчитывают и записывают массовую долю «внутреннего эталона» в испытуемой пробе. Содержимое сосуда для испытания перемешивают путем встряхивания для достижения однородности.

7.5 Введение анализируемой пробы

Подготовленную испытуемую пробу (7.4) вводят в газовый хроматограф. Объем пробы должен быть таким, чтобы не превышалась пропускная способность хроматографической колонки и других элементов измерительной системы газового хроматографа, а также не нарушалась линейная зависимость сигнала детектора.

7.6 Проверка хроматограммы

Осуществляют проверку хроматограммы, а компоненты пробы идентифицируют по времени удерживания (7.2).

8 Расчеты

8.1 Расчет массы каждого компонента в анализируемой пробе

Массу m_i каждого компонента в граммах рассчитывают по формуле

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

где A_i – площадь пика i-го компонента, мкВ/с или мм^2;
f_i – калибровочный коэффициент для i-го компонента;
m_{st} – масса «внутреннего эталона» в испытуемой пробе, г;
A_{st} – площадь пика «внутреннего эталона», мкВ/с или мм^2.

8.2 Расчет массовой доли каждого компонента в пробе в процентах

Массовую долю w в процентах каждого i-го компонента в пробе рассчитывают по формуле

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

8.3 Расчет объемной доли каждого компонента в пробе в процентах

Объемную долю φ_i каждого i-го компонента в пробе в процентах рассчитывают по формуле

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

где V_i – объем i-го компонента, мл;

V_S – объем анализируемой пробы (7.4), мл.

Объем i-го компонента V_i и пробы V_S рассчитывают, используя значение массы, соответствующей плотности, указанной в приложении А, и плотности пробы по формуле

$$объем = \frac{масса}{плотность}. \quad (6)$$

Объем i-го компонента в конкретном случае рассчитывают по формуле

$$V_i = \frac{m_i \cdot 100}{\rho_i}, \quad (7)$$

где ρ_i – плотность i-го компонента при 15 °С, кг/ м^3;

Объем пробы V_S рассчитывают по формуле

$$V_s = \frac{m_s \cdot 1000}{\rho_s}, \quad (8)$$

где ρ_s – плотность пробы при 15 °С, кг/м^3.

8.4 Общее содержание органически связанного кислорода

Общее содержание органически связанного кислорода Ω определяют как массовую долю в процентах на основании массовых долей в процентах отдельных идентифицированных компонентов по формуле

$$\Omega = \Sigma \frac{w_i \cdot 16{,}00}{W_i}, \quad (9)$$

где W_i – молярная масса i-го компонента.

Пример – Если определено, что в пробе содержится метанол, массовая доля которого составляет 2 %, и этанол, массовая доля которого составляет 4 %, расчет общего содержания органически связанного кислорода проводят следующим образом:

– для метанола w_i (m/m) = 2; W_i = 32,04 и

– для этанола w_i (m/m) = 4; W_i = 46,07.

$$\Omega = \frac{2 \cdot 16{,}00}{32{,}04} + \frac{4 \cdot 16{,}00}{46{,}07} = 1{,}00 + 1{,}39 = 2{,}39\ \%\ (m/m). \quad (10)$$

9 Выражение результатов

Содержание каждого компонента выражается как массовая (m/m) или объемная доля (V/V) в процентах с точностью до 0,1 %.

Общее содержание органически связанного кислорода выражают как массовую долю (m/m) в процентах с точностью до 0,1 %.

10 Точность метода

10.1 Сходимость (Повторяемость)

Расхождение между двумя результатами определения, полученными одним исполнителем на одном испытательном оборудовании при одинаковых условиях испытания на идентичном испытуемом продукте при обычном и правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати может превышать значения, приведенные в таблицах 1 и 2.

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными исполнителями, работающими в различных лабораториях на идентичном испытуемом продукте при обычном и правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати может превышать значения, приведенные в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 – Сходимость и воспроизводимость результатов определения органических кислородсодержащих соединений

Органические кислородсодержащие соединения, массовая или объемная доля, %	Повторяемость, массовая или объемная доля, %	Воспроизводимость, массовая или объемная доля, %
0,1 – 1,0	0,05	0,1
Св. 1,0 до 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
« 11,0 « 13,0	0,3	0,9
« 13,0 « 15,0	0,3	1,0

Таблица 2 – Сходимость и воспроизводимость определения общего содержания органически связанного кислорода

Органически связанный кислород, массовая или объемная доля, %	Повторяемость, массовая доля, %	Воспроизводимость, массовая доля, %
1,5 – 3,0	0,08	0,3

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:
a) тип и идентификацию испытуемого продукта;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) метод отбора пробы (раздел 6);
d) плотность пробы (7.3);
e) результаты испытаний (раздел 9);
f) любое отклонение от установленного метода;
g) дату проведения испытаний.

Приложение А
(обязательное)

Плотность органических кислородсодержащих соединений при температуре 15 °С

Таблица А.1 – Плотность органических кислородосодержащих соединений при температуре 15 °С

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Метанол, CH_3OH	795,8
Этанол, CH_3CH_2OH	794,8
Пропанол-1, $CH_3CH_2CH_2OH$	813,3
Пропанол-2, $(CH_3)_2CHOH$	789,5
Бутанол-1, $CH_3[CH_2]_3OH$	813,3
Бутанол-2, $CH_3CH(OH)CH_2CH_3$	810,6
2-метилпропанол-2, $(CH_3)_3COH$	791,0
2-метилпропанол-1, $(CH_3)_2CHCH_2OH$	805,8
Пентанол-1, $CH_3[CH_2]_4OH$	818,5
Пентанол-2, $CH_3CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	813,5
Пентанол-3, $CH_3CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	824,6
2-метилбутанол-1, $C_2H_5CH(CH_3)CH_2OH$	823,5
3-метилбутанол-1, $(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH$	816,3
2-метилбутанол-2, $(CH_3)_2C(OH)CH_2CH_3$	813,5
3-метилбутанол-2, $(CH_3)_2CHCH(OH)CH_3$	822,8
Гексанол-1, $CH_3[CH_2]_5OH$	822,5
Гексанол-2, $CH_3[CH_2]_3CH(OH)CH_3$	818,2
Гексанол-3, $CH_3CH_2CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	822,7
2-метилпентанол-1, $CH_3CH_2CH_2CH(CH_3)CH_2OH$	827,9
3-метилпентанол-1, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2CH_2OH$	826,1
4-метилпентанол-1, $CH_3CH(CH_3)CH_2CH_2CH_2OH$	816,6
2-метилпентанол-2, $(CH_3)_2C(OH)CH_2CH_2CH_3$	817,7
3-метилпентанол-2, $CH_3CH(OH)CH(CH_3)CH_2CH_3$	833,3
4-метилпентанол-2, $(CH_3)_2CHCH_2CH(OH)CH_3$	811,3
2-метилпентанол-3, $(CH_3)_2CHCH(OH)\ CH_2CH_3$	829,0
3-метилпентанол-3, $CH_3CH_2C(CH_3)(OH)CH_2CH_3$	828,9
2-этилбутанол-1, $CH_3CH_2CH(CH_2CH_3)(OH)CH_2OH$	837,4
2,2-диметилбутанол-1, $CH_3CH_2C(CH_3)_2CH_2OH$	832,6
2,3-диметилбутанол-2, $CH(CH_3)_2CH(CH_3)CH_2OH$	826,9
3,3-диметилбутанол-2, $C(CH_3)_3C_2H_4OH$	823,1
Гептанол-1, $CH_3[CH_2]_6OH$	825,9
Гептанол-2, $CH_3[CH_2]_4CH(OH)CH_3$	821,7
Гептанол-3, $CH_3[CH_2]_3CH(OH)CH_2CH_3$	825,2
Гептанол-4, $CH_3CH_2CH_2CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	822,8
2-метилгексанол-2, $CH_3C(OH)CH_3[CH_2]_3CH_3$	818,3
2-метилгексанол-3, $(CH_3)_2CHCH(OH)CH_2CH_2CH_3$	827,9
3-метилгексанол-3, $CH_3CH_2C(CH_3)(OH)CH_2CH_2CH_3$	828,9
3-этилпентанол-3, $(CH_3CH_2)_3COH$	848,2
2,4-диметилпентанол-3, $(CH_3)_2CHCH(OH)CH(CH_3)_2$	835,1
Октанол-1, $CH_3[CH_2]_7OH$	828,8
Октанол-2, $CH_3[CH_2]_5CHOHCH_3$	824,0
Октанол-3, $CH_3[CH_2]_4CHOHCH_2CH_3$	824,5
Октанол-4, $CH_3[CH_2]_3CHOHCH_2CH_2CH_3$	823,5
2-метилгептанол-1, $CH_3[CH_2]_4CH(CH_3)CH_2OH$	805,7

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
3-метилгептанол-1, $CH_3[CH_2]_3CH(CH_3)CH_2CH_2OH$	791,8
4-метилгептанол-1, $CH_3CH_2CH_2CH(CH_3)[CH_2]_2CH_2OH$	813,7
5-метилгептанол-1, $CH_3CH_2CH(CH_3)[CH_2]_3CH_2OH$	822,3
6-метилгептанол-1, $CH_3CH(CH_3)[CH_2]_4CH_2OH$	824,4
2-метилгептанол-2, $CH_3[CH_2]_4C(CH_3)(OH)CH_3$	811,0
3-метилгептанол-2, $CH_3[CH_2]_3CH(CH_3)CH(OH)CH_3$	793,8
4-метилгептанол-2, $CH_3[CH_2]_2CH(CH_3)CH_2(OH)CH_3$	806,2
5-метилгептанол-2, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2CH_2CH(OH)CH_3$	817,0
6-метилгептанол-2, $(CH_3)_2CH[CH_2]_3CH(OH)CH_3$	810,7
2-метилгептанол-3, $CH_3[CH_2]_3CH(OH)CH(CH_3)_2$	828,6
3-метилгептанол-3, $CH_3[CH_2]_3C(OH)(CH_3)CH_2CH_3$	833,3
4-метилгептанол-3, $CH_3[CH_2]_2CH(CH_3)CH(OH)CH_2CH_3$	803,1
5-метилгептанол-3, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	822,0
6-метилгептанол-3, $(CH_3)_2CH[CH_2]_2CH(OH)CH_2CH_3$	784,9
2-метилгептанол-4, $(CH_3)_2CHCH_2CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	817,2
3-метилгептанол-4, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	841,2
4-метилгептанол-4, $CH_3[CH_2]_2C(OH)(CH_3)CH_2CH_2CH_3$	828,0
2-этилгексанол-1, $CH_3[CH_2]_3CH(CH_2CH_3)CH_2OH$	835,3
3-этилгексанол-3, $CH_3[CH_2]_2C(OH)(CH_2CH_3)CH_2CH_3$	841,7
Нонанол-1, $CH_3[CH_2]_8OH$	831,7
Нонанол-2, $CH_3[CH_2]_6CH(OH)CH_3$	826,7
Нонанол-3, $CH_3[CH_2]_5CH(OH)CH_2CH_3$	830,2
2-метилоктанол-2, $CH_3[CH_2]_5C(OH)(CH_3)_2$	821,5
2-метилоктанол-3, $CH_3[CH_2]_4CH(OH)CH(CH_3)_2$	833,0
3-метилоктанол-3, $CH_3[CH_2]_4C(OH)(CH_3)CH_2CH_3$	836,7
4-метилоктанол-4, $CH_3[CH_2]_3C(OH)(CH_3)[CH_2]_2CH_3$	832,3
Деканол-2, $CH_3[CH_2]_7CH(OH)CH_3$	829,0
Деканол-3, $CH_3[CH_2]_6CH(OH)CH_2CH_3$	831,0
Деканол-4, $CH_3[CH_2]_5CH(OH)[CH_2]CH_3$	828,7
Деканол-5, $CH_3[CH_2]_4CH(OH)[CH_2]_3CH_3$	828,8
2-метилнонанол-1, $CH_3[CH_2]_6CH(CH_3)CH_2OH$	839,2
2-метилнонанол-3, $CH_3[CH_2]_5CH(OH)CH(CH_3)_2$	832,0
Метил-трет-бутиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_3$	745,3
Метил-трет-пентиловый эфир, $(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$	775,2
Этил-трет-бутиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH_3$	745,6
Этил-трет-пентиловый эфир, $(CH_3)_2C(OCH_2CH_3)CH_2CH_3$	774,9
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, $CH_3CH_2OCH_3CH_2CH_3$	741,2
Этилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH_2CH_3$	728,1
Метилпентиловый эфир, $CH_3O[CH_2]_4CH_3$	764,2
Метил-трет-пентиловый 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
Втор-бутилэтилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)COCH_2CH_3$	748,2

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
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, $CH_3O[CH_2]_5CH$	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
Втор-бутилпропиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH_2CH_2CH_3$	759,4
Трет-бутилпропиловый 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
Втор-бутилизопропиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH(CH_3)_2$	749,0
Трет-бутилизопропиловый 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, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_3CH_3$	764,0
Бутил-втор-бутиловый эфир, $(CH_3)(C_2H_5)CHO[CH_2]_3CH_3$	769,6
Бутил-трет-бутиловый эфир, $(CH_3)_3CO[CH_2]_3CH_3$	767,2
Диизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH(CH_3)_2$	754,1
Втор-бутилизобутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH_2CH(CH_3)_2$	759,8
Трет-бутилизобутиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH(CH_3)_2$	757,4
Ди-втор-бутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOC(CH_3)CH_2CH_3$	767,5
Ди-трет-бутиловый эфир, $(CH_3)_3COC(CH_3)_3$	766,2
Втор-бутил-трет-бутиловый 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
Втор-бутилпентиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O[CH_2]_4CH_3$	777,2
Втор-бутилизопентиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	772,9
Трет-бутилпентиловый эфир, $(CH_3)_3CO[CH_2]_4CH_3$	775,1
Трет-бутилизопентиловый 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
Гексилизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_5CH_3$	779,3
Втор-бутилгексиловый 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

Окончание таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15°С, кг/м^3
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
Этилнонилоый 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, $CH_3[CH_2]_2O[CH_2]_8CH_3$	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
(справочное)

Пояснения к методу определения с использованием переключающихся колонок

В.1 Введение

Переключение колонок используется с целью повышения разделительной способности газохроматографической системы, в которой при использовании дополнительных колонок (многомерной хроматографии) разделяются неразделенные компоненты.

Предназначенные для переключения колонок вентили имеют меньший объем по сравнению с объемами, необходимыми для получения пиков, и не оказывают влияния на пробу. Взамен вентилей для изменения направления потока газа через колонки может применяться изменение давления (переключение по методу Дина). На рисунке В.1 приведена схема безвентильного переключения потока. Центральное место системы – это соединительный узел, посредством которого поток газа-носителя может переключаться пневматическим способом. Величина и направление потока в соединительном узле выбираются произвольно. Проба может направляться из первой колонки во вторую колонку или к специальному детектору, не оказывая воздействия на форму пика.

Примечание – Аналогичный принцип применяется в методе определения содержания бензола в топливе в соответствии с ЕН 12177[3)].

В.2 Основные параметры приборов, имеющих систему переключения потоков

Следует применять приборы, имеющие указанные ниже параметры. При использовании других приборов параметры могут отличаться от приведенных значений. Это обязательно должно быть указано изготовителем в инструкции по эксплуатации.

Прибор: Газовый хроматограф с системой переключения колонок по методу Дина.

Детектор: Пламенно-ионизационный детектор.

Температура испарителя: 150 °С.

Газ-носитель: Азот.

Устройство ввода пробы с делителем потока: 1 : 80.

Объем вводимой пробы: 0,5 мкл.

Термостат 1 : 40 °С.

Программирование температуры: 40 °С в течение 6 мин, затем последующее нагревание до 120 °С со скоростью 5 °С/мин.

Колонка 1: Длина – 50 м, внутренний диаметр – 0,25 мм, кварцевая колонка имеет покрытие трисцианоэтоксипропаном толщиной 0,4 мкм.

Термостат 2 (по выбору): 40 °С.

Программирование температуры: минимальная – 40 °С, затем последующее нагревание до 120 °С со скоростью 5 °С/мин.

Колонка 2: Длина – 25 м, внутренний диаметр – 0,25 мм, кварцевая колонка имеет покрытие метилсиликоном[4)] толщиной 0,4 мкм.

В.3 Газовая хроматограмма

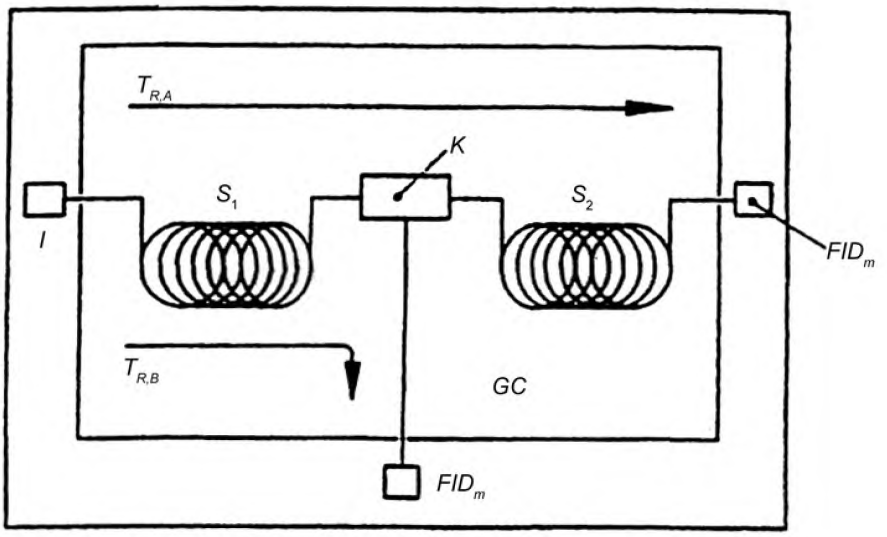
На рисунках В.2 и В.3 приведены типовые хроматограммы, которые можно получить при определении кислородсодержащих компонентов в топливе с применением переключающихся колонок. Время удерживания отдельных компонентов можно определить с помощью соответствующих справочных пособий.

На рисунке В.2 показано разделение в первой колонке.

На рисунке В.3 показано разделение во второй колонке.

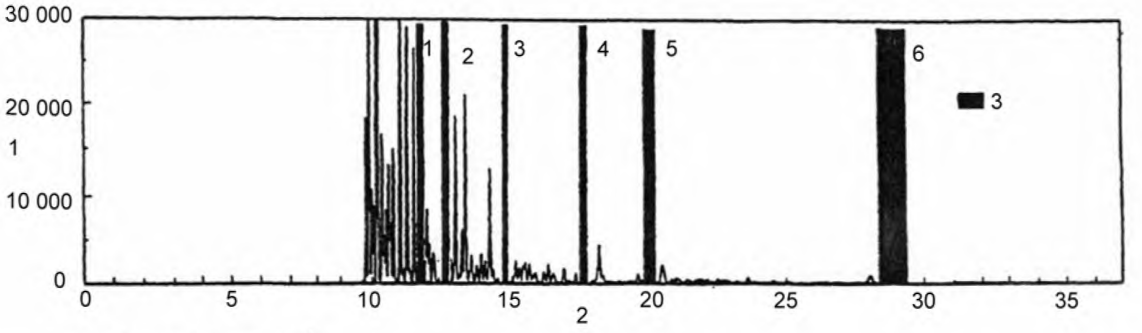
[3)] ЕН 12177 Нефтепродукты жидкие. Неэтилированный бензин. Определение содержания бензола методом газовой хроматографии.

[4)] OV 1 – пример пригодного стандартного продукта метилсиликон.



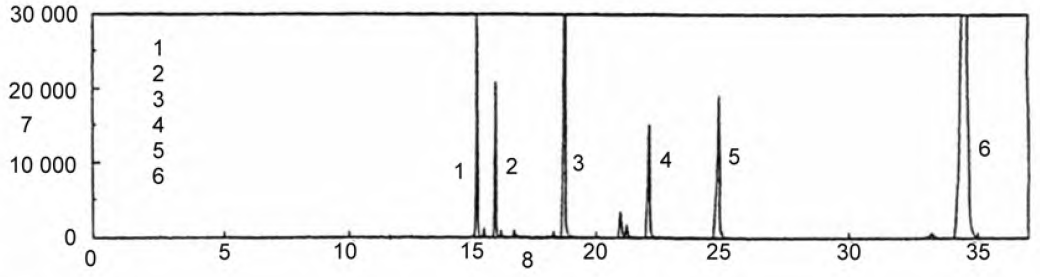
GC – газовый хроматограф с термостатом;
I – устройство ввода пробы с делением потока;
S_1 – капиллярная разделительная колонка (первая колонка);
S_2 – капиллярная разделительная колонка (вторая колонка);
K – соединительный узел, соответствующий методу Дина;
$T_{R,A}$ – поток газа-носителя в прямом направлении;
$T_{R,B}$ – поток газа-носителя при изменении направления в соединительном узле;
FID_m – отслеживающий пламенно-ионизационный детектор (ПИД);
FID_h – основной ПИД.

Рисунок В.1 – Схема переключения газового потока с помощью пневматического разделения через соединительную часть по методу Дина



1 – площадь пика, мм^2;
2 – время, мин;
3 – окна (отрезок времени)

Рисунок В.2 – Типовая хроматограмма легкого (карбюраторного) топлива, полученная при использовании ПИД



1 – МТВЕ;
2 – метанол;
3 – 2-метилпропанол-2;
4 – бензол;
5 – эталон;
6 – толуол;
7 – площадь пика, мм^2;
8 – время, мин

Рисунок В.3 – Хроматограмма органических кислородных соединений легкого (карбюраторного) топлива, полученная при использовании переключающихся колонок

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии европейских стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных и модифицированного государственных стандартов

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ЕН ИСО 3170-2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	IDT	СТБ ИСО 3170-2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб
ЕН ИСО 3171-1999 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов	MOD	ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ЕН ИСО 3675-1998 Нефть сырая и нефтепродукты. Лабораторное определение плотности. Метод с применением ареометра	IDT	СТБ ИСО 3675-2003 Нефть сырая и нефтепродукты. Метод определения плотности ареометром

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 07.04.2006. Подписано в печать 11.05.2006. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.- изд. л. 0,76 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru