ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ЕН 1601-2005

Нефтепродукты

НЕЭТИЛИРОВАННЫЕ БЕНЗИНЫ

Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания кислорода методом газовой хроматографии (О-ПИД)

Нафтапрадукты

НЕЭТЫЛІРАВАНЫЯ БЕНЗІНЫ

Вызначэнне арганічных злучэнняў, якія змяшчаюць кісларод, і агульнага змяшчэння кісларoду метадам газавай храматаграфіі (О-ПІД)

(EN 1601:1997, IDT)

Издание официальное

БЗ 11-2004

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.73.033.054:543.544.3(083.74) МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, бензины, бензины неэтилированные, метод определения, соединения органические кислородсодержащие, содержание кислорода, хроматография газовая

Предисловие

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 20 января 2005 г. № 2

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 1601:1997 «Flüssige Mineralölerzeugnisse. Unverbleite Ottokraftstoffe. Bestimmung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen und des Gesamtgehalts an organisch gebundenem Sauerstoff mittels Gaschromotographie (O-FID)» (ЕН 1601:1997 «Нефтепродукты жидкие. Неэтилированные бензины. Определение органических кислородосодержащих соединений и общего содержащего кислорода методом газовой хроматографии (О-ПИД)».

Европейский стандарт разработан CEH/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 европейского и международных стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных и модифицированного государственных стандартов, приведены в дополнительном приложении С.

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 Оборудование 3
6 Отбор проб 3
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) Разъяснения к методике определения с использованием детектора, селективного по отношению к кислороду (О-ПИД) 12
Приложение С (справочное) Сведения о соответствии европейского и международных стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичных и модифицированного государственных стандартов 15

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты
НЕЭТИЛИРОВАННЫЕ БЕНЗИНЫ
Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания кислорода методом газовой хроматографии (О-ПИД)

Нафтапрадукты
НЕЭТЫЛІРАВАНЫЯ БЕНЗІНЫ
Вызначэнне арганічных злучэнняў, якія змяшчаюць кісларод, і агульнага змяшчэння кіслароду метадам газавай храматаграфіі (О-ПІД)

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

Дата введения 2005-08-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения органических кислородсодержащих соединений при массовой доле от 0,17 до 15 % и общего содержания кислорода при массовой доле до 3,7 % в неэтилированных бензинах, имеющих температуру кипения не выше 220 °С.

Настоящий стандарт применяется для определения органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода в неэтилированных бензинах в соответствии с Директивой ЕС[1].

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:

ИСО 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб

ИСО 3171:1988 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов

ЕН ИСО 3675:1998 Нефть сырая и жидкие нефтепродукты. Определение плотности или относительной плотности в лаборатории. Метод с применением ареометра

ЕН ИСО 3838:2004 Нефть сырая, жидкие или твердые нефтепродукты. Определение плотности или относительной плотности. Метод с применением капиллярного пикнометра с пробкой и градуированного двухкапиллярного пикнометра (ИСО 3838:2004)

ЕН ИСО 12185:1996 Нефть сырая и жидкие нефтепродукты. Определение плотности. Метод с применением U-образной трубки

[1] Директива ЕС 85/536/ЕЭС «Директива по экономии сырой нефти за счет применения заменяющих компонентов в бензине».

Издание официальное

3 Сущность метода

После разделения пробы при помощи капиллярной колонки органические кислородсодержащие соединения расщепляются на оксид углерода, водород и углерод в крекинг-реакторе. Затем в гидрореакторе оксид углерода превращается в метан, который в пламенно-ионизационном детекторе (О-ПИД) создает измеряемый сигнал.

Примечание – Разъяснения к методике определения кислорода с использованием детектора О-ПИД приведены в приложении В.

4 Реактивы и материалы

В настоящем методе должны использоваться только чистые реактивы, пригодные для анализа.

4.1 Газы

4.1.1 Газ-носитель

Гелий или азот, не содержащие углеводороды, кислород и воду в качестве примесей.

Водород нельзя использовать в качестве газа-носителя, так как он образуется в результате реакции крекинга.

4.1.2 Реакторный и детекторный газ

Водород и воздух или кислород.

Предупреждение – Смесь водорода и воздуха, содержащая водород от 4 до 75 % по объему, является взрывоопасной. Все соединения и трубопроводы, в которых может находиться водород, должны быть герметизированы во избежание утечки водорода в помещение.

4.2 Реактивы для приготовления калибровочных смесей

Степень чистоты реактивов должна быть не менее 99 % (массовых).

В состав калибровочных смесей могут входить следующие реактивы:

- метанол [CH_3OH] [метилалкоголь; MeOH];
- этанол [CH_3CH_2OH] [этилалкоголь; EtOH];
- пропанол-1 [$CH_3CH_2CH_2OH$] [пропилалкоголь; NPA];
- пропанол-2 [$(CH_3)_2CH\ OH$] [изо-пропилалкоголь; IPA];
- бутанол-1 [$CH_3(CH_2)_3OH$] [бутилалкоголь; NBA];
- бутанол-2 [$CH_3CH(OH)CH_2CH_3$] [втор-бутилалкоголь; SBA];
- 2-метилпропанол-2 [$(CH_3)_3COH$] [трет-бутилалкоголь; TBA];
- 2-метилпропанол-1 [$(CH_3)_2CHCH_2OH$] [изо-бутилалкоголь; IBA];
- пентанол-2 [$CH_3CH(OH)CH_2CH_2CH_3$] [втор-амилалкоголь; SAA];
- трет-бутилэтилэфир [$(CH_3)_3CO\ CH_3$] [метил-трет-бутилэфир; MTBE];
- метил-трет-пентилэфир [$(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$] [трет-амилметилэфир; TAME];
- этил-трет-пентилэфир [$(CH_3)_2C(OCH_2CH_3)CH_2CH_3$] [этил-трет-амилэфир; ETAE];
- ацетон [$(CH_3)_2CO$];
- бутанон [$CH_3CH_2CO\ CH_3$] [метилэтилкетон; МЕК];
- трет-этилбутилэфир [$(CH_3)_3CO\ CH_2CH_3$] [этил-трет-бутилэфир; ETBE].

4.3 «Внутренние эталоны»

В качестве «внутреннего эталона» следует использовать один из реактивов, приведенных в 4.2. Если в анализируемой пробе содержатся все перечисленные реактивы, необходимо выбрать другое органическое кислородосодержащее соединение, имеющее такую же чистоту и близкую по значению температуру кипения.

4.4 Неэтилированные бензины, в состав которых не входят органические кислородсодержащие соединения

Необходимо убедиться, что в неэтилированных бензинах отсутствуют кислородсодержащие вещества, наличие которых можно определить данным методом.

5 Оборудование

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 с пламенно-ионизационным детектором (О-ПИД), позволяющим определять кислород.

5.1.2 Хроматографические колонки

Газохроматографическая капиллярная колонка, имеющая соответствующую фазу для достижения требуемой степени разделения соединений.

Примечание – Наиболее подходящими разделительными фазами являются полиэтиленгликоль и метилсиликон.

Степень разделения R определяемых соединений между собой, а также между водой и кислородом должна быть не менее 1.

Степень разделения R пиков А и В (рисунок 1) рассчитывают по формуле

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

где t'_A – время удерживания компонента A;

t'_B – время удерживания компонента B;

W_A – ширина пика компонента A на половине высоты;

W_B – ширина пика компонента B на половине высоты.

5.1.3 Устройства для контроля скорости газовых потоков газа-носителя, реакторного и детекторного газа

5.1.4 Самозаписывающее устройство и (или) интегратор

Усилитель измеряемого сигнала и компенсограф или интегратор или вычислительное устройство, измеряемые сигналы которого коррелируют с площадями пиков в миллиметрах квадратных.

5.2 Инжекторное устройство

5.3 Сосуд для пробы

Сосуд, укупориваемый пробкой из политетрафторэтилена (ПТФЭ), вместимостью от 10 до 100 мл.

6 Отбор проб

Если не указывается иное, отбор проб должен проводиться в соответствии с ИСО 3170 или ИСО 3171 и (или) в соответствии с требованиями других стандартов или правил отбора проб неэтилированных бензинов.

7 Проведение испытания

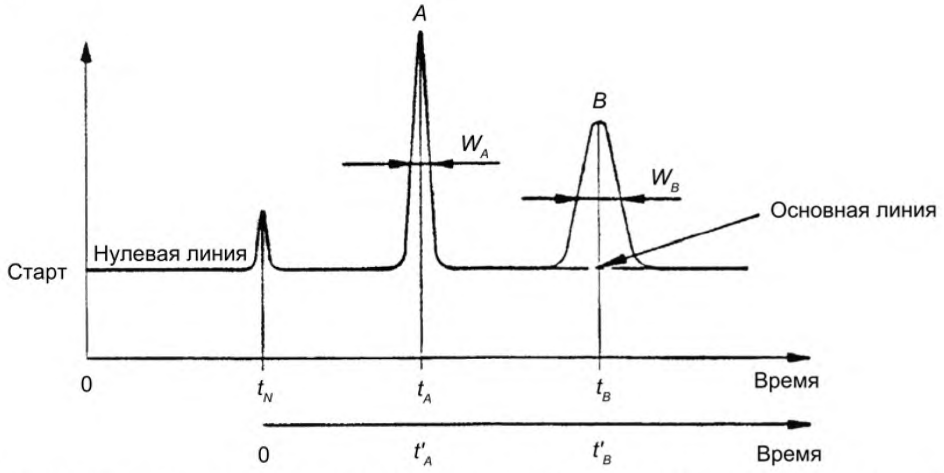
7.1 Подготовка газового хроматографа

7.1.1 Общие положения

Газовый хроматограф должен быть настроен в соответствии с указаниями производителя.

7.1.2 Газ-носитель

Начальное давление и скорость потока газа-носителя должны быть отрегулированы таким образом, чтобы степень разделения соответствовала требованиям 5.1.2. Важно свести к минимуму содержание кислорода в газе-носителе. Для повышения селективности и уменьшения количества осадка, образованию которого способствует наличие кислорода, необходимо применять фильтры для удаления воды и кислорода.



Примечание – t_N – это нулевое время хроматографической колонки, т. е. время прохождения метана по хроматографической колонке без хроматографического эффекта.

Рисунок 1 – **Расчет степени разделения пиков А и В**

7.2 Калибровка

Калибровочную смесь приготавливают путем смешивания необходимого количества веществ, указанных в 4.2, и «внутреннего эталона» (4.3) в соответствии с 7.4. Затем производят разбавление данной смеси неэтилированным бензином (4.4).

Примечание – Калибровочная смесь должна содержать в аналогичных пропорциях те же вещества, что и анализируемая проба.

Определенное количество приготовленной таким способом калибровочной смеси впрыскивают в газовый хроматограф. Количество впрыскиваемой смеси должно контролироваться, чтобы не было превышения пропускной способности хроматографической колонки или элементов измерительной системы и линейной области детектора.

Устанавливают время удерживания t_i всех определяемых компонентов.

Калибровочный коэффициент f_i для всех определяемых компонентов рассчитывают по формуле

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

где M_i – масса i-го компонента в калибровочной смеси, г;

A_i – площадь пика i-го компонента, мм^2;

M_{st} – масса «внутреннего эталона» в калибровочной смеси, г;

A_{st} – площадь пика «внутреннего эталона», мм^2.

Значения калибровочного коэффициента для каждого компонента заносят в протокол.

7.3 Определение плотности

Плотность пробы q_s определяют при температуре 15 °С по ЕН ИСО 3675, ЕН ИСО 3838 или ЕН ИСО 12185; результат измерений округляют до 0,1 кг/м^3 и заносят в протокол.

7.4 Подготовка анализируемой пробы

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

Определенное количество «внутреннего эталона» (4.3) помещают в сосуд для пробы. Неукупоренный сосуд взвешивают вместе с содержимым и пробкой с точностью до 0,1 мг. Масса m_{st} (в граммах) «внутреннего эталона» должна составлять от 2 до 5 % массы пробы, но не должна быть менее 0,050 г.

Охлажденную пробу в количестве 5 – 100 мл помещают в сосуд для пробы, который укупоривают при помощи пробки и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Значение массы пробы m_s округляют до 0,1 мг и заносят в протокол.

Значение массовой доли «внутреннего эталона» подготовленной таким образом пробы заносят в протокол, затем смесь гомогенизируют путем встряхивания.

7.5 Впрыскивание части пробы

Подготовленную по 7.4 для анализа пробу впрыскивают в газовый хроматограф. Количество пробы не должно превышать пропускную способность хроматографической колонки и других элементов газового хроматографа и линейную область детектора.

7.6 Проверка хроматограммы

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

8 Расчеты

8.1 Расчет массы каждого компонента пробы

Расчет массы m_i в граммах каждого i-го компонента пробы осуществляют по формуле

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

где A_i – площадь пика i-го компонента, мм²;
f_i – калибровочный коэффициент i-го компонента;
m_{st} – масса «внутреннего эталона» в анализируемой пробе (7.4), г;
A_{st} – площадь пика «внутреннего эталона», мм².

8.2 Расчет массовой доли каждого компонента в пробе в процентах

Расчет массовой доли в процентах ω_i каждого i-го компонента в пробе осуществляют по формуле

$$\omega_i = \frac{m_i}{m_s} \cdot 100 \qquad (4)$$

8.3 Расчет объемной доли каждого компонента в пробе в процентах

Расчет объемной доли Φ_i каждого i-го компонента в пробе осуществляют по формуле

$$\Phi_i = \frac{V_i}{V_s} \cdot 100, \qquad (5)$$

где V_i – объем i-го компонента, мл;
V_s – объем пробы (7.4), мл.

Объем V_i i-го компонента рассчитывают, исходя из массы каждого компонента, плотности, указанной в приложении А, и плотности пробы (7.3) по формуле

$$Объем = \frac{Масса}{Плотность} \qquad (6)$$

Используя данную формулу, объем *i*-го компонента рассчитывают по формуле

$$V_i = \frac{m_i \cdot 1000}{\rho_i}, \quad (7)$$

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

Объем пробы V_s рассчитывают по формуле

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

8.4 Общее содержание органически связанного кислорода

Общее содержание органически связанного кислорода Ω (массовую долю в процентах) на основании массовых долей в процентах отдельных идентифицированных компонентов рассчитывают по формуле

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

где W_i – молярная масса *i*-го компонента.

Пример:

Если в пробе содержится метанол, массовая доля которого составляет 2 %, и этанол, массовая доля которого составляет 4 %, расчет общего содержания органически связанного кислорода (массовой доли) производят следующим образом:

ω_i для метанола = 2, W_i = 32,04 и

ω_i для этанола = 4, W_i = 46,07.

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

9 Выражение результатов

Содержание каждого компонента выражается как массовая или объемная доля в процентах; в обоих случаях результаты округляют до первого десятичного знака.

Общее содержание органически связанного кислорода выражается в массовых долях, выраженных в процентах. Результат округляют до второго десятичного знака.

10 Точность метода

10.1 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами определения, полученными одним исполнителем на одном испытательном оборудовании при одинаковых условиях 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 исследуемом 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 – **Повторяемость и воспроизводимость результатов определения органических кислородсодержащих соединений**

Органические кислородсодержащие соединения, массовая или объемная доля, %	Повторяемость, массовая или объемная доля, %	Воспроизводимость, массовая или объемная доля, %
От 0,1 до 1,0	0,05	0,1
Свыше 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 – **Повторяемость и воспроизводимость определения общего содержания органически связанного кислорода**

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

11 Протокол испытания

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

Приложение А
(обязательное)

Плотность органических кислородсодержащих соединений при температуре 15 °С

Таблица А.1

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, $CH_3CH(CH_3)C_2H_4OH$	816,3
2-метилбутанол-2, $(CH_3)_2C(OH)CH_2CH_3$	813,5
3-метилбутанол-2, $CH_3C(CH_3)CH(OH)CH_3$	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, $CH_3C(CH_3)_2C(OH)[CH_2]_3CH_3$	817,7
3-метилпентанол-2, $CH_3CH(OH)CH(CH_3)CH_2CH_3$	833,3
4-метилпентанол-2, $CH_3CH(OH)CH_2(CH_3)_2$	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, $CH_3CH_2CH(CH_2CH_3)CH_2OH$	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, $(CH_3)_2CHCHOH(CH_3)_2$	835,1
Октанол-1, $CH_3[CH_2]_7OH$	828,8

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
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
3-метилгептанол-1, $CH_3[CH_2]_3CH(CH_3)CH_2\ CH_2OH$	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, $(CH_3)CH[CH_2]_3CH(OH)CH_3$	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, $(CH_3)_2CH[CH_2]_2CH(OH)CH_2CH_2$	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
Трет-бутилметилэфир, $(CH_3)_3COCH_3$	745,3
Метил-трет-пентилэфир, $(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$	775,2
Трет-бутилэтилэфир, $(CH_3)_3COCH_2CH_3$	745,6
Этил-трет-пентилэфир, $(CH_3)_2C(OCH_2CH_3)CH_2CH_3$	774,9
Метилпропилэфир, $CH_3OCH_2CH_2CH_3$	730,2
Изопопилметилэфир, $(CH_3)_2CHOCH_3$	720,5
Диэтилэфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_3$	719,2
Бутилметилэфир, $CH_3O[CH_2]_3CH_3$	749,2

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Изобутилметилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_3$	737,5
Бут-2-ил-метилэфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)OCH_3$	746,7
Этилпропилэфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_2CH_3$	741,2
Этилизопропилэфир, $(CH_3)_2CHOCH_2CH_3$	728,1
Метилпентилэфир, $CH_3O[CH_2]_4CH_3$	764,2
Метил-трет-пентилэфир, $CH_3CH_2(CH_3)_2COCH_3$	758,4
Бутилэтилэфир, $CH_3[CH_2]_3OCH_2CH_3$	754,3
Этилизобутилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH_3$	744,2
Втор-бутилэтилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)COCH_2CH_3$	748,2
Дипропилэфир, $CH_3CH_2CH_2OCH_2\ CH_2CH_3$	751,6
Изопропилпропилэфир, $(CH_3)_2CHOCH_2CH_2CH_3$	742,5
Диизопропилэфир, $(CH_3)_2CHOCH(CH_3)_2$	729,2
Гексилметилэфир, $CH_3O[CH_2]_5CH_3$	774,9
Этилпентилэфир, $CH_3\,CH_2O[CH_2]_4CH_3$	765,9
Этилизопентилэфир, $CH_3\,CH_2OCH_2CH_2CH(CH_3)_2$	761,3
Бутилпропилэфир, $CH_3[CH_2]_2O[CH_2]_3CH_3$	763,3
Изобутилпропилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH_2CH_3$	753,3
Втор-бутилпропилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH_2CH_2CH_3$	759,4
Трет-бутилпропилэфир, $(CH_3)_3COCH_2CH_2CH_3$	758,2
Бутилизопропилэфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_3CH_3$	755,4
Изобутилизопропилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH(CH_3)_2$	744,6
Втор-бутилизопропилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH(CH_3)_2$	749,0
Трет-бутилизопропилэфир, $(CH_3)_3COCH(CH_3)_2$	746,0
Гептилметилэфир, $CH_3O[CH_2]_6CH_3$	783,8
Этилгексилэфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_5CH_3$	777,7
Пентилпропилэфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_4CH_3$	774,0
Изопентилпропилэфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	768,7
Изопропилпентилэфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_4CH_3$	768,1
Изопентилизопропилэфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	763,4
Дибутилэфир, $CH_3\,[CH_2]_3O[CH_2]_3CH_3$	772,5
Бутилизобутилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_3CH_3$	764,0
Бутил-втор-бутилэфир, $(CH_3)(CH_2CH_5)CHO[CH_2]_3CH_3$	769,6
Бутил-трет-бутилэфир, $(CH_2)_3CO[CH_2]_3CH_3$	767,2
Диизобутилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH(CH_3)_2$	754,1
Втор-бутилизобутилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH_2CH(CH_3)_2$	759,8
Трет-бутилизобутилэфир, $(CH_3)_3COCH_2CH(CH_3)_2$	757,4
Ди-втор-бутилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOC(CH_3)CH_2CH_3$	767,5
Ди-трет-бутилэфир, $(CH_3)_3COC(CH_3)_3$	766,2
Втор-бутил-трет-бутилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHO(CH_3)_3$	766,9
Метилоктилэфир, $CH_3O[CH_2]_7CH_3$	790,9
Этилгексилэфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_6CH_3$	783,8
Гексилпропилэфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_5CH_3$	781,3
Гексилизопропилэфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_5CH_3$	775,9
Бутилпентилэфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_4CH_3$	780,4

Окончание таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Бутил-2-метилбутилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHCH_2OCH_2CH_2CH_3$	775,8
Изобутилпентилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_4CH_3$	774,0
Изобутилизопентилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	787,7
Втор-бутилпентилэфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O[CH_2]_4CH_3$	777,2
Втор-бутилизопентилэфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	772,9
Трет-бутилпентилэфир, $(CH_3)_3CO[CH_2]_4CH_3$	775,1
Трет-бутилизопентилэфир, $(CH_3)CO[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	770,5
Метилнонилэфир, $CH_3O[CH_2]_8CH_3$	796,6
Этилнонилэфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_8CH_3$	790,2
Гептилпропилэфир, $CH_3[CH_2]_2O[CH_2]_6CH_3$	787,8
Гептилизопропилэфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_6CH_3$	781,7
Бутилгексилэфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_5CH_3$	787,0
Гексилизобутилэфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_5CH_3$	779,3
Втор-бутилгексилэфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O[CH_2]_5CH_3$	783,9
Дипентилэфир, $CH_3[CH_2]_4O[CH_2]_4CH_3$	787,0
2-метилбутилпентилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2CH_3$	783,1
Изопентил-2-метилбутилэфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHCH_2OCH_2CH_2(CH_3)_2$	779,4
Децилметилэфир, $CH_3O[CH_2]_9CH_3$	801,5
Этилнонилэфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_8CH_3$	795,6
Октилпропилэфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_7CH_3$	793,9
Изопропилоктилэфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_7CH_3$	787,9
Бутилгептилэфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_6CH_3$	792,8
Гексилпентилэфир, $CH_3[CH_2]_4O[CH_2]_5CH_3$	792,3
Децилэтилэфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_9CH_3$	800,2
Нонилпропилэфир, $CH_3[CH_2]_2O[CH_2]_8CH_3$	798,6
Бутилоктилэфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_7CH_3$	797,5
Гептилпентилэфир, $CH_3[CH_2]_4O[CH_2]_6CH_3$	797,4
Дигексилэфир, $CH_3[CH_2]_5O[CH_2]_5CH_3$	800,0
Ацетон, $(CH_3)_2CO$	795,8
Бутанон, $CH_3CH_2COCH_3$	810,0

Приложение В
(справочное)

Разъяснения к методике определения с использованием детектора, селективного по отношению к кислороду (О-ПИД)

В.1 Введение

При использовании данной методики газовый хроматограф должен быть снабжен крекинг-реактором, гидрореактором и пламенно-ионизационным детектором (ПИД). При наличии данных устройств можно провести определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания кислорода в неэтилированных бензинах.

При использовании данной методики для определения общего содержания кислорода (органически связанного кислорода) не требуется проведения сопоставления пиков определенных веществ, что позволяет упростить метод измерения. Так как площадь пика «внутреннего эталона» соответствует определенному количеству кислорода, можно рассчитать общее содержание кислорода на основании данной площади пика и суммы площадей всех других пиков, за исключением пиков воды и кислорода.

В.2 Крекинг-реактор

Расположенный после капиллярной разделительной колонки крекинг-реактор состоит из капиллярной трубки из платины или родия, которая нагревается и терморегулируется в соответствии с указаниями производителя.

При таких условиях органические кислородсодержащие соединения вымываются из капиллярной разделительной колонки в реактор, где каждый атом кислорода преобразуется в одну молекулу CO в результате реакции

$$C_nH_mO_x \xrightarrow{1200^0C} xCO + \frac{m}{2}H_2 + (n-x)C \qquad (11)$$

В.3 Гидрореактор

В гидрореакторе, выполняющем каталитическую функцию, оксид углерода, полученный в крекинг-реакторе, преобразуется в метан в соответствии с реакцией

$$CO + 3H_2 \xrightarrow{350^0C} CH_4 + H_2O \qquad (12)$$

В.4 Пламенно-ионизационный детектор

Количество полученного в гидрореакторе метана (CH_4) измеряют при помощи ПИД.

В.5 Общие параметры приборов, используемых в данном методе

Как показывает практика, хорошо зарекомендовали себя приборы, имеющие следующие параметры. При использовании аналогичных измерительных приборов сопоставимые результаты могут быть достигнуты только при условии незначительного изменения их параметров. Перед проведением испытания необходимо гарантировать соблюдение условий, предусмотренных производителями.

Прибор:	Газовый хроматограф, оборудованный детектором, селективным по отношению к кислороду (О-ПИД)
Гидрореактор:	350 °С
Крекинг-реактор:	1200 °С
Инжекторный блок:	200 °С
Камера нагрева:	От 30 до 100 °С со скоростью нагрева 8 °С/мин
Разделительная колонка:	Капиллярная колонка размером 50 м × 0,32 мм, покрытая полимерной пленкой из метилсиликона или полиэтиленгликоля толщиной 0,5 мкм
Газ-носитель:	Азот
Делитель потока:	1:70
Объем впрыскиваемой пробы:	0,6 мкл

В.6 Типовые хроматограммы, которые могут быть получены при использовании ПИД или О-ПИД.

На рисунке В.1 приведена типовая хроматограмма, полученная при разделении всех углеводородных соединений с использованием ПИД.

На рисунке В.2 приведена типовая хроматограмма, полученная при определении всех органических кислородосодержащих соединений в углеводородной матрице с использованием О-ПИД.

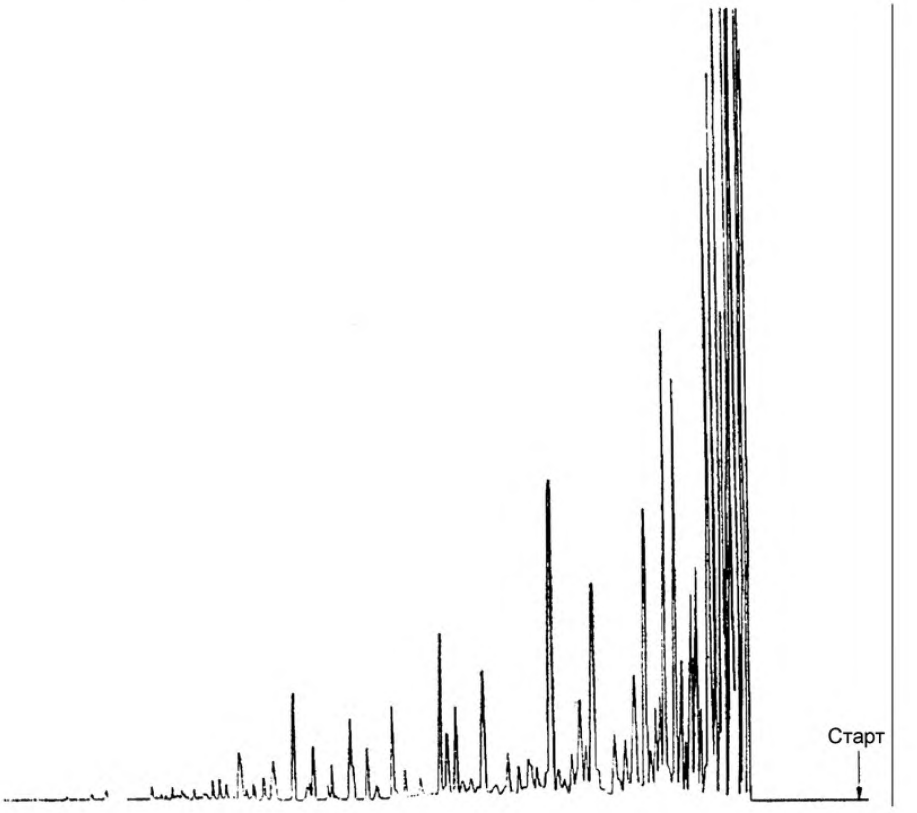
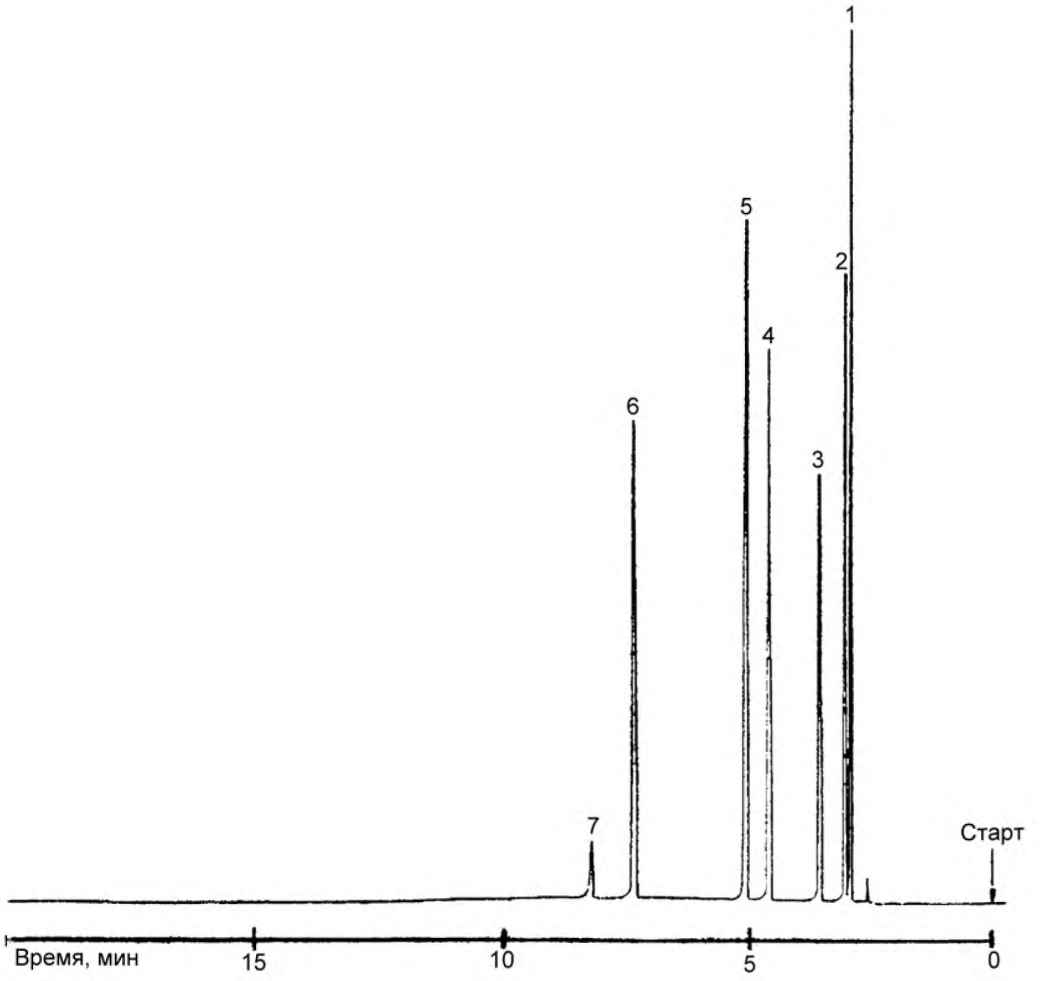


Рисунок В.1 – **Типовая хроматограмма неэтилированных бензинов, полученная при использовании ПИД**



Идентификация пиков:
1) трет-бутилметилэфир;
2) трет-бутилизопропилэфир;
3) «внутренний эталон»;
4) 2-метилпропанол-2;
5) пропанол-2;
6) бутанол-2;
7) вода.

Разделительная колонка: длина – 30 м, внутренний диаметр – 0,25 мм, DB-воск, толщина слоя – 0,5 мкм.
Температура разделительной колонки: от 45 (5 мин) до 150 °С при скорости нагрева 8 °С/мин.

Рисунок В.2 – **Хроматограмма неэтилированных бензинов. Определение пяти органических кислородсодержащих соединений с использованием детектора, селективного по отношению к кислороду (О-ПИД)**

Приложение С
(справочное)

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

Обозначение и наименование европейского и международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ИСО 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб	IDT	СТБ ИСО 3170-2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб
ИСО 3171:1988 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов	MOD	ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ЕН ИСО 3675:1998 Нефть сырая и жидкие нефтепродукты. Определение плотности или относительной плотности в лаборатории. Метод с применением ареометра	IDT	СТБ ИСО 3675-2003 Нефть сырая и нефтепродукты. Метод определения плотности ареометром

Ответственный за выпуск И.А.Воробей

Сдано в набор 08.02.2005. Подписано в печать 25.03.2005. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Ариал. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.- изд. л. 0,72 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