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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34237—
2017**

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение общего содержания серы методом ультрафиолетовой флуоресценции

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 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52—2017)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2017 г. № 1899-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34237—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 5453–2016 «Стандартный метод определения общей серы в легких углеводородах, моторном топливе для двигателей с искровым зажиганием, топливе для дизельных двигателей и моторном масле ультрафиолетовой флуоресценцией» («Standard test method for determination of total sulfur in light hydrocarbons, spark ignition engine fuel, diesel engine fuel and engine oil by ultraviolet fluorescence», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ASTM D 02 «Нефтепродукты, жидкие топлива и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за него несет подкомитет D 02.03 «Элементный анализ».

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 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 Назначение и применение . . . 2
5 Аппаратура . . . 2
6 Реактивы и материалы . . . 5
7 Опасные факторы . . . 6
8 Отбор проб . . . 6
9 Подготовка аппарата . . . 6
10 Калибровка и стандартизация . . . 7
11 Проведение испытаний . . . 8
12 Вычисления . . . 9
13 Протокол испытаний . . . 10
14 Контроль качества . . . 10
15 Прецизионность и смещение . . . 10
Приложение Х1 (справочное) Контроль качества . . . 12
Приложение Х2 (справочное) Важные факторы определения концентрации серы в углеводородах при прямом вводе образца . . . 13
Приложение Х3 (справочное) Важные факторы определения концентрации серы в углеводородах при вводе образца в лодочке . . . 15
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам . . . 17

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение общего содержания серы методом ультрафиолетовой флуоресценции

Petroleum products. Determination of total sulfur by method of ultraviolet fluorescence

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение общего содержания серы в жидких углеводородах, выкипающих в диапазоне температур приблизительно от 25 до 400 °С, с вязкостью приблизительно от 0,2 до 20 сСт ($мм^2/с$) при температуре окружающей среды методом ультрафиолетовой флуоресценции.

1.2 Три отдельных межлабораторных исследования (ILS) прецизионности и три других исследования, результаты которых приведены в исследовательском отчете ASTM, показали, что настоящий метод можно применять для испытания нафты, дистиллятов, моторных масел, этанола, метиловых эфиров жирных кислот (FAME) и моторных топлив, таких как бензин, обогащенный кислородом (этанольные смеси, Е-85, М-85, RFG), дизельные, биодизельные, смеси дизельных/биодизельных и топлив для реактивных двигателей. Можно анализировать образцы с общим содержанием серы от 1,0 до 8000 мг/кг (см. примечание 1).

Примечание 1 — Для установления прецизионности вычислены значения объединенного предела количественного определения (PLOQ). Значения изменялись в диапазоне от менее 1,0 мг/кг до менее 5,0 мг/кг (см. раздел 8 и 15.1).

1.3 Настоящий метод применим для определения общего содержания серы в жидких углеводородах, содержащих менее 0,35 % масс. галогена(ов).

1.4 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Особые требования к технике безопасности приведены в 3.1, 6.3, 6.4, разделе 7 и 8.1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты ASTM*:

ASTM D 1298, Test method for density, relative density, or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method (Метод определения плотности, относительной плотности или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром)

* Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru службе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru інформационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

ASTM D 4052, Test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter (Метод определения плотности, относительной плотности или плотности в градусах API жидкостей цифровым плотномером)

ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 6299 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения статистических методов обеспечения качества и контрольных карт для оценки рабочих характеристик аналитической измерительной системы)

3 Сущность метода

3.1 Образец углеводорода вводят непосредственно или помещают в лодочку для образца и вводят в трубку для сжигания с высокой температурой, в которой сера в атмосфере, обогащенной кислородом, окисляется до диоксида серы SO_2. Воду, образовавшуюся при сжигании образца, удаляют, а газообразные продукты подвергают воздействию ультрафиолетового излучения (UV). SO_2 поглощает энергию ультрафиолетового излучения и переходит в возбужденное состояние SO_2*. Флуоресценция, излучаемая диоксидом серы в возбужденном состоянии SO_2*, при возвращении в стабильное состояние SO_2 детектируется с помощью фотоумножителя, и полученный сигнал является мерой содержания серы в образце. (**Предупреждение —** Воздействие повышенного количества ультрафиолетового излучения (UV) вредно для здоровья. Оператор должен избегать воздействия прямого ультрафиолетового излучения (UV), а также присутствующего вторичного или рассеянного излучения на любую часть тела, особенно на глаза.)

4 Назначение и применение

4.1 Некоторые технологические катализаторы, используемые при переработке нефти и химической очистке, могут быть отравлены следами серы, содержащимися в исходном сырье. Настоящий метод можно использовать для определения содержания серы в товарных продуктах, а также для целей регулирующего управления.

5 Аппаратура

5.1 Печь

Электрическая печь, обеспечивающая поддержание температуры от 1050 до 1150 °С, достаточной для пиролиза всего образца и окисления серы до SO_2. Фактическое значение температуры рекомендуется изготовителем конкретного аппарата.

5.2 Трубка для сжигания

Кварцевая трубка для сжигания, конструкция которой обеспечивает возможность ввода образца непосредственно в нагретую зону окислительной печи, или сконструированная таким образом, чтобы диаметр входного конца трубки был достаточно большим для размещения кварцевой лодочки с образцом. Трубка для сжигания должна иметь боковые отводы для введения кислорода и газа-носителя или воздуха. Зона окисления должна быть достаточно большой (см. рисунок 1) для обеспечения полного сгорания образца. На рисунке 1 представлены типичные трубки для сжигания. Можно использовать трубки другой конфигурации, если прецизионность определения не ухудшается.

5.3 Контроль потока

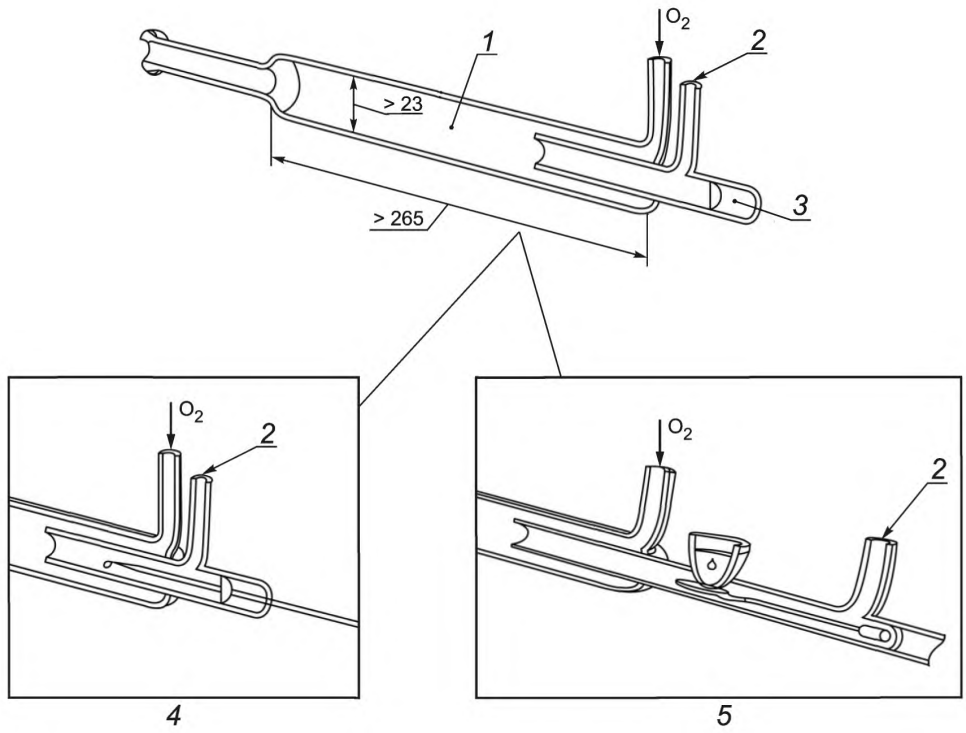
Аппарат должен быть оборудован средством контроля потока, обеспечивающим поддержание постоянной скорости подачи кислорода, газа-носителя или воздуха.

5.4 Трубка осушительная

Аппарат должен быть оснащен устройством для удаления водяного пара. При реакции окисления образуется водяной пар, который должен быть удален до измерения детектором. Это можно выполнить посредством мембранной осушительной трубки или проницаемого осушающего устройства, использующего избирательное действие капиллярных сил для удаления воды.

5.5 Детектор ультрафиолетовой флуоресценции

Детектор, обеспечивающий качественное и количественное измерение ультрафиолетового излучения, испускаемого при флуоресценции диоксида серы.



1 — кварцевая трубка для сжигания; *2* — входное отверстие для смеси газа-носителя и кислорода; *3* — образец; *4* — прямой ввод; *5* — ввод лодочки

Рисунок 1 — Традиционные трубки для сжигания

5.6 Микрошприц

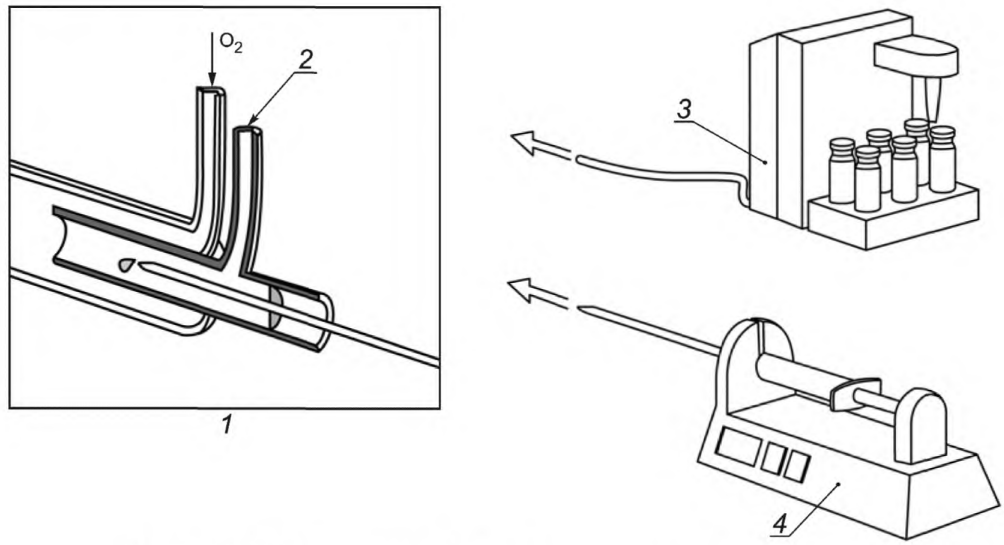
Микрошприц, обеспечивающий точную подачу от 5 до 90 мкл испытуемого образца. Следует уточнить у изготовителя аппарата конкретные объемы испытуемых образцов и размеры иглы.

5.7 Система ввода образца

Можно использовать любой из двух способов ввода образца.

5.7.1 Прямой ввод

Система прямого ввода должна обеспечивать возможность количественной подачи анализируемого материала в поток носителя на входе, который направляет образец в зону окисления с контролируемой и повторяемой скоростью. Обычно используют устройство привода шприца, которое выпускает образец из микрошприца со скоростью приблизительно 1 мкл/с. Следует уточнить у изготовителя аппарата конкретную скорость ввода образцов (см. рисунок 2).

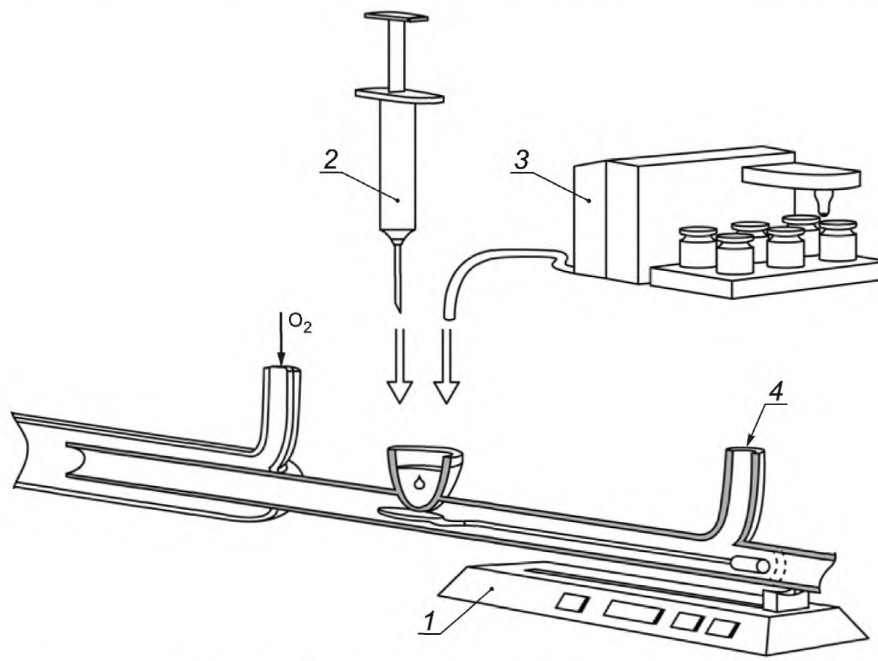


1 — прямой ввод; *2* — отверстие для подачи смеси газа-носителя и кислорода;
3 — устройство для автоматической подачи проб; *4* — механизм привода шприца

Рисунок 2 — Прямой ввод устройством привода шприца

5.7.2 Система ввода лодочки

Выдвигающаяся трубка для сжигания обеспечивает герметизацию на входе в зону окисления и продувается газом-носителем. Система оснащена площадкой для размещения устройства ввода образца (лодочки) в отведенном положении лодочки, удаляемой из печи. Механизм привода лодочки полностью вводит лодочку в самую горячую зону печи. Лодочки для образца и трубку изготавливают из кварца. Предусмотрена охлаждающая рубашка для трубки для сжигания в области, в которой лодочка расположена в отведенном положении перед вводом образца из микрошприца. Требуется механизм привода, который продвигает лодочку с образцом в печь и выводит из нее с контролируемой и повторяемой скоростью (см. рисунок 3).



1 — механизм привода лодочки; *2* — ввод вручную; *3* — устройство автоматической подачи проб;
4 — входное отверстие для смеси газа-носителя и кислорода

Рисунок 3 — Система ввода лодочки

5.8 Термостат охлаждающий

При использовании метода ввода в лодочке (дополнительное оборудование) может потребоваться регулирующее устройство, обеспечивающее подачу хладагента при постоянной температуре не выше 4 °С.

5.9 Самописец ленточный (дополнительное оборудование).

5.10 Весы с прецизионностью ±0,01 мг (дополнительное оборудование).

6 Реактивы и материалы

6.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях используют реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, все реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, где эти спецификации можно получить*. Можно использовать реактивы другой квалификации, если предварительно установлено, что они обладают достаточно высокой степенью чистоты и не снижают точность определения.

6.2 Газ-носитель

Инертный газ или воздух.

Конкретный газ должен быть рекомендован изготовителем конкретного аппарата.

6.2.1 Инертный газ

Используют только аргон или гелий высокой степени чистоты (для хроматографии или нулевой) с содержанием основного вещества не менее 99,998 %, влажностью не более 5 мг/кг.

6.2.2 Воздух

Синтетический воздух в баллонах чистотой не менее 99,99 % (для хроматографии или нулевой) влажностью не более 5 мг/кг.

6.3 Кислород (при необходимости)

Кислород чистотой не менее 99,75 % (для хроматографии или нулевой), влажностью не более 5 мг/кг, осушенный с помощью молекулярных сит. (**Предупреждение** — Энергично ускоряет горение.)

6.4 Толуол, ксилолы, изооктан

Используют толуол, ксилолы, изооктан квалификации х. ч. (можно использовать другие растворители, аналогичные тем, которые присутствуют в анализируемых образцах). Необходима поправка на присутствие серы в растворителях (растворитель для холостого опыта), используемых при приготовлении стандарта и разбавлении испытуемого образца. Можно не делать поправку при использовании растворителя, в котором загрязнение серой не обнаруживается по сравнению с содержанием серы в неизвестном образце. (**Предупреждение** — Легковоспламеняющиеся растворители.)

6.5 Дибензотиофен, молекулярная масса 184,26, содержание серы 17,399 % масс. (см. примечание 2).

6.6 Бутилсульфид, молекулярная масса 146,29, содержание серы 21,92 % масс. (см. примечание 2).

6.7 Тионафтен (бензотиофен), молекулярная масса 134,20, содержание серы 23,90 % масс. (см. примечание 2).

Примечание 2 — Может потребоваться поправка на содержание химических примесей.

6.8 Кварцевая вата или другой пригодный абсорбирующий материал, стабильный и выдерживающий температуру внутри печи (см. примечание 3).

Примечание 3 — Материалы, соответствующие требованиям по 6.8, обеспечивают ввод постоянного объема образца в лодочку, так как впитывают оставшиеся капли образца с кончика иглы шприца до введения образца в печь. За дополнительными рекомендациями следует обращаться к инструкциям изготовителя аппарата.

---

* Химические реактивы Американского химического общества, American Chemical Society, Washington, DC. Данные по испытанию реактивов, не включенных в спецификации Американского химического общества, можно получить в ежегодном сборнике стандартов Annual Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

6.9 Исходный раствор серы, 1000 мкг серы/см^3

Готовят исходный раствор, аккуратно взвешивая приблизительно 0,5748 г дибензотиофена или 0,4562 г бутилсульфида или 0,4184 г тионафтена в тарированной мерной колбе вместимостью 100 см^3. Доводят объем раствора до метки выбранным растворителем. Исходный раствор можно дополнительно разбавить до требуемого содержания серы (см. примечания 4—7).

Примечание 4 — Рабочие стандарты, имитирующие соответствующий состав или матрицу анализируемых образцов, могут уменьшать смещение результатов испытаний между системами прямого ввода или ввода образца в лодочке.

Примечание 5 — Рабочие стандарты следует регулярно обновлять в зависимости от частоты применения и срока годности. Срок годности исходных растворов составляет примерно 3 мес.

Примечание 6 — Калибровочные стандарты могут быть подготовлены и разбавлены по массе для корректировки и согласования результатов вычислений.

Примечание 7 — Можно применять калибровочные стандарты, имеющиеся в продаже, если проверена их точность и их применение не ухудшает прецизионность метода.

6.10 Образцы контроля качества (QC) предпочтительно должны быть порциями одного или более жидких нефтепродуктов, являющихся стабильными и представительными относительно представляющих интерес образцов. Образцы QC можно использовать для проверки надежности процесса испытания, как приведено в разделе 14.

7 Опасные факторы

7.1 В настоящем методе используют высокую температуру. Следует соблюдать чрезвычайную осторожность при использовании воспламеняющихся материалов рядом с окислительной пиролизной печью.

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб — по ASTM D 4057, ASTM D 4177. Для сохранения летучих компонентов, присутствующих в некоторых образцах, не следует открывать образцы на более длительное, чем необходимо, время. Пробы, отобранные от продукта, поставляемого крупными партиями (без расфасовки), следует анализировать по возможности быстро для предотвращения потерь серы или загрязнения при контакте с контейнером для пробы. (**Предупреждение** — Пробы, отобранные при температуре ниже температуры окружающей среды, могут расширяться и разрушать контейнер. Не следует полностью заполнять контейнер, над пробой должно быть достаточное воздушное пространство для ее расширения.)

8.2 Если испытание пробы проводят не сразу, то перед отбором образца для испытаний пробу тщательно перемешивают в контейнере.

9 Подготовка аппарата

9.1 Аппарат монтируют и проверяют на герметичность согласно инструкции изготовителя.

9.2 Аппарат настраивают в зависимости от способа введения образца в соответствии с условиями, приведенными в таблице 1.

9.3 Регулируют чувствительность аппарата и стабильность базовой линии и выполняют процедуры обнуления показаний аппарата, следуя инструкциям изготовителя.

Таблица 1 — Типичные рабочие условия

Параметр	Значение
Привод шприца (прямой ввод), скорость подачи (700—750), мкл/с	1
Привод лодочки (ввод лодочки), скорость перемещения (700—750), мм/мин	140—160
Температура печи,°С	1075 ± 25
Установка указателя расхода кислорода в печи (3,8—4,1)	(450—500) см^3/мин

Окончание таблицы 1

Параметр	Значение
Установка расходомера кислорода на входе (0,4—0,8)	(10—30) $см^3$/мин
Установка расходомера газа-носителя на входе (3,4—3,6)	130—160 $см^3$/мин

10 Калибровка и стандартизация

10.1 На основании предполагаемого содержания серы выбирают одну из калибровочных кривых, приведенных в таблице 2. При необходимости можно использовать более узкие диапазоны, чем приведенные в данной таблице. Однако прецизионность метода с использованием более узких диапазонов не установлена. Следует убедиться, что используемые калибровочные стандарты берут в вилку концентрацию серы анализируемых образцов. В соответствии с выбранной калибровочной кривой тщательно готовят серию калибровочных стандартов. Можно использовать другие объемные разбавления исходного раствора для охвата разных рабочих диапазонов, руководствуясь калибровочными кривыми. Количество стандартов, используемых для калибровочной кривой, может меняться, если получают эквивалентные результаты.

Таблица 2 — Типичные диапазоны калибровки серы и стандартные концентрации

Калибровочная кривая I, содержание серы, нг/мкл	Калибровочная кривая II, содержание серы, нг/мкл	Калибровочная кривая III, содержание серы, нг/мкл
0,50	5,00	100,00
1,00	25,00	500,00
2,50	50,00	1000,00
5,00	100,00	—
10,00	—	—
Вводимый объем 10—20 мкл	Вводимый объем 5—10 мкл	Вводимый объем 5 мкл

10.2 Микрошприц перед анализом несколько раз промывают образцом. При наличии пузырьков в шприце его промывают и затем заполняют новой порцией образца.

10.3 Количество вводимого образца, рекомендуемое для построения калибровочной кривой, выбранной по таблице 2, должно быть количественно измерено перед вводом в трубку для сжигания или заполнения им лодочки для анализа (см. примечания 8—10). Используют два альтернативных технических приема.

Примечание 8 — Ввод постоянного или аналогичного количества образца для всех материалов, анализируемых в выбранном рабочем диапазоне, способствует согласующимся условиям сгорания.

Примечание 9 — Ввод 10 мкл стандарта с содержанием серы 100 нг/мкл устанавливает калибровочную точку, равную 1000 нг, или 1,0 мкг серы.

Примечание 10 — Можно использовать другие количества вводимого образца, если происходит их полное сгорание, а точность/прецизионность не ухудшается.

10.3.1 Объем вводимого материала можно измерить, заполнив шприц до выбранного уровня. Затем перемещают поршень таким образом, чтобы вовлекался воздух, а нижний мениск жидкости находился на отметке 10 %, и записывают объем жидкости в шприце. После ввода образца снова перемещают поршень, чтобы нижний мениск жидкости находился на отметке 10 % шкалы шприца, и записывают объем жидкости. Разность между двумя показаниями объема является объемом введенного образца (см. примечание 11).

Примечание 11 — Вместо приведенной ручной процедуры ввода можно использовать автоматическое устройство для отбора и ввода образца.

10.3.2 Заполняют шприц по 10.3.1. Для определения количества введенного образца взвешивают шприц до и после введения образца. Эта процедура может обеспечить большую точность, чем измерение объема вводимого образца, при условии, что используют весы с погрешностью до ±0,01 мг.

10.4 Сразу после измерения соответствующего количества образца в микрошприце быстро и количественно вводят образец в аппарат. Можно использовать две альтернативные процедуры.

10.4.1 При прямом вводе осторожно размещают шприц во входном отверстии трубки для сжигания и механизме привода шприца. Дают некоторое время для сгорания образца из иглы (пустая игла) и восстановления стабильности базовой линии. Затем сразу начинают анализ. Удаляют шприц после возвращения прибора к стабильной базовой линии.

10.4.2 При вводе образца с помощью лодочки медленно количественно выпускают содержимое шприца в лодочку, содержащую кварцевую вату или подходящий аналогичный материал (см. 6.8), медленно и аккуратно вытесняя последнюю каплю из иглы шприца. Удаляют шприц и сразу начинают анализ. Базовая линия прибора должна оставаться стабильной до тех пор, пока лодочка не достигнет печи и не начнется испарение образца. Базовая линия прибора должна стабилизироваться до того, как лодочка будет удалена из печи (см. примечание 12). После удаления лодочки из печи охлаждают печь не менее 1 мин. перед вводом следующего образца (см. примечание 12).

Примечание 12 — Полное сгорание образца можно обеспечить снижением скорости ввода лодочки или кратковременной задержкой лодочки в печи. Прямой ввод может облегчить обработку образцов и улучшить характеристики сгорания материалов, содержащих очень летучие соединения серы.

10.4.3 Температура охлаждения лодочки и начало детектирования серы после ввода образца зависит от летучести анализируемого продукта. Для летучих продуктов до ввода образца важно эффективное охлаждение лодочки. Может потребоваться применение охлаждающего термостата или увеличение времени охлаждения лодочки для сведения к минимуму испарения образца перед приближением лодочки к печи.

10.5 Калибруют прибор, используя одну из двух следующих процедур.

10.5.1 Выполняют измерения калибровочных стандартов и холостого опыта, используя одну из процедур, приведенных в 10.2—10.4. Измеряют три раза калибровочные стандарты и холостую пробу. Вычитают среднеарифметическое значение отклика холостой пробы из отклика каждого калибровочного стандарта. Затем определяют средний интегральный отклик для каждой концентрации (см. 6.4). Строят графическую зависимость среднего интегрального отклика детектора (ось *y*) от массы введенной серы в микрограммах (ось *x*) (см. примечание 13). Калибровочная кривая должна быть линейной, и рабочие характеристики системы проверяют каждый день при анализе образцов (см. раздел 14).

Примечание 13 — Можно использовать другие процедуры построения калибровочной кривой, если при этом не снижаются точность и прецизионность метода.

10.5.2 Если в аппарате предусмотрена процедура автоматической калибровки, измеряют три раза калибровочные стандарты и холостую пробу, используя одну из процедур по 10.2—10.4. При необходимости корректировки на холостую пробу и если прибор не оснащен соответствующей опцией (см. 6.4 или 10.5.1), его калибруют в соответствии с инструкциями изготовителя для получения результатов, выраженных в нанограммах серы (см. примечание 13). Полученная калибровочная кривая должна быть линейной, и рабочие характеристики системы должны проверять каждый день при использовании аппарата (см. раздел 14).

10.6 Если калибровку аппарата выполняют с использованием другой калибровочной кривой, не приведенной в таблице 2, то количество образца для ввода выбирают по калибровочной кривой по таблице 2, самой близкой по концентрации к измеряемому(ым) раствору(ам). Строят калибровочную кривую, чтобы получить значения, которые можно использовать для определения содержания серы.

11 Проведение испытаний

11.1 Пробу получают по процедуре, изложенной в разделе 8. Содержание серы в испытуемом образце должно быть меньше максимального содержания серы в стандартах и больше минимального содержания серы в стандартах, используемых при калибровке. При необходимости образец можно разбавить по массе или по объему.

11.1.1 Гравиметрическое разбавление (по массе)

Регистрируют массу испытуемого образца и общую массу испытуемого образца и растворителя.

11.1.2 Объемное разбавление (масса/объем)

Регистрируют массу испытуемого образца и общий объем испытуемого образца и растворителя.

11.2 Измеряют отклик для раствора испытуемого образца, используя одну из процедур, приведенных в 10.2—10.4.

11.3 Для проверки полноты окисления испытуемого образца осматривают трубку для сжигания и другие компоненты на пути потока.

11.3.1 Системы прямого ввода

Уменьшают размер образца и/или скорость ввода образца в печь, если наблюдают нагар или копоть.

11.3.2 Системы ввода лодочки

Увеличивают время пребывания лодочки в печи, если на лодочке наблюдают нагар или копоть. Снижают скорость привода при введении лодочки и/или объем образца, если на выходном конце трубки для сжигания наблюдают нагар или копоть.

11.3.3 Очистка и повторная калибровка

Очищают детали аппарата, покрытые нагаром или копотью, в соответствии с инструкциями изготовителя. После очистки аппарат собирают, регулируют и проверяют на герметичность. Повторяют калибровку аппарата до проведения повторного анализа испытуемого образца.

11.4 Для получения одного результата три раза измеряют раствор каждого испытуемого образца и вычисляют среднеарифметическое значение отклика детектора.

11.5 Значения плотности, необходимые для вычислений, определяют по ASTM D 1298, ASTM D 4052 или аналогичным стандартам при температуре испытания образца.

12 Вычисления

12.1 Для приборов, откалиброванных с использованием стандартной калибровочной кривой, содержание серы в мкг/г (ppm) в испытуемом образце вычисляют по формулам

$$\text{содержание серы} = \frac{(I - Y)}{SMK_g} \quad (1)$$

или

$$\text{содержание серы} = \frac{(I - Y)\cdot 1000}{SVK_v}, \quad (2)$$

где I — среднеарифметическое значение отклика детектора для раствора испытуемого образца, показания детектора;

Y — точка пересечения оси y стандартной калибровочной кривой, показания детектора;

S — наклон (угол наклона) стандартной калибровочной кривой, показания детектора/мкг серы;

M — масса введенного раствора испытуемого образца, измеренная непосредственно или вычисленная по измеренному объему введенного образца и плотности, VD, г;

K_g — гравиметрический коэффициент разбавления — отношение массы испытуемого образца к массе испытуемого образца и растворителя, г/г;

V — объем введенного раствора испытуемого образца, измеренный непосредственно или вычисленный по измеренной массе и плотности, M/D, мкл;

K_v — объемный коэффициент разбавления: отношение массы испытуемого образца к объему испытуемого образца и растворителя, г/см^3;

D — плотность раствора испытуемого образца, г/см^3;

1000 — коэффициент для пересчета мкл в см^3.

12.2 Для аппаратов, откалиброванных с использованием установленного порядка самокалибровки с поправкой на холостую пробу, вычисляют концентрацию серы в испытуемом образце в частях на миллион (ppm) по формулам

$$\text{сера, ppm (мкг/г)} = \frac{G1000}{MK_g} \quad (3)$$

или

$$\text{сера, ppm (мкг/г)} = \frac{G1000}{VD}, \quad (4)$$

где G — сера, обнаруженная в испытуемом образце, мкг;

M — масса введенного раствора испытуемого образца, измеренного непосредственно или вычисленного по измеренному объему и плотности, VD, мг;

K_g — гравиметрический коэффициент разбавления — отношение массы испытуемого образца к массе испытуемого образца и растворителя, г/г;

V — объем введенного раствора испытуемого образца, измеренного непосредственно или вычисленного по измеренной массе и плотности, *M*/*D*, мкл;

D — плотность раствора испытуемого образца, мг/мкл (ввод неразбавленного образца), или концентрация раствора, мг/мкл (ввод разбавленного образца);

1000 — коэффициент для пересчета мкг/мг в мкг/г.

13 Протокол испытаний

13.1 Содержание серы для результатов испытаний, равных 10 мг/кг или более, записывают с точностью до 1 мг/кг. При содержании серы не более 10 мг/кг результат записывают с точностью до 0,1 мг/кг. Указывают, что результаты получены по настоящему стандарту.

14 Контроль качества

14.1 Подтверждают рабочие характеристики прибора или процедуры испытаний проведением анализа образца контроля качества (QC) (см. 6.10) после каждой калибровки и затем не менее одного раза в день (см. 10.5).

14.1.1 Если для процедуры испытаний уже установлены протоколы QC/QA (обеспечения качества), их можно использовать для подтверждения надежности результатов испытаний.

14.1.2 Если для процедуры испытаний не установлены протоколы QC/QA, в качестве системы QC/QA можно использовать приложение X1.

15 Прецизионность и смещение

15.1 Метод испытаний рассмотрен в шести исследовательских отчетах*:

1) RR:D02-1307 (1992) — документ с изучением многочисленных матриц;

2) RR:D02-1456 (1999) — изучение эквивалентности ультрафиолетовой флуоресценции и рентгеновской флуоресценции (UVF/X-ray);

3) RR:D02-1465 (1997) — результаты только для бензина и RFG;

4) RR:D02-1475 (1998) — бензин с низким содержанием серы, дизельное и биодизельное топлива;

5) RR:D02-1547 (2000—2001) включал 39 лабораторий и 16 образцов бензинов с низким содержанием серы (1—100 мкг/г) и дизельного топлива (5—40 мкг/г) на основании практических ограничений объединенного предела количественного определения (PLOQ), установленных в исследовании;

6) RR:D02-1633 (2008) — пригодность использования биотоплив для обновления прецизионности.

15.1.1 Прецизионность метода получена статистическим анализом результатов испытаний (см. примечание 14).

Примечание 14 — Летучие материалы при небрежном обращении могут быть причиной ухудшения прецизионности (см. раздел 8 и подраздел 10.4).

15.1.2 Повторяемость *r*

Расхождение результатов двух испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20

$$\text{при концентрации менее 400 мг/кг: } r = 0{,}1788\, X^{(0{,}75)}, \quad (5)$$

$$\text{при концентрации более 400 мг/кг: } r = 0{,}02902\, X, \quad (6)$$

где X — среднеарифметическое значение двух результатов испытаний.

15.1.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение дли-

* Подтверждающие данные находятся в ASTM International Headquarters и могут быть получены при запросе исследовательских отчетов, приведенных в 15.1.

тельного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20

$$\text{при концентрации менее 400 мг/кг: } R = 0{,}5797\ X^{(0{,}75)}, \quad (7)$$

$$\text{при концентрации более 400 мг/кг: } R = 0{,}1267\ X, \quad (8)$$

где X — среднеарифметическое значение двух результатов испытаний.

15.2 Смещение

Смещение настоящего метода определено в исследовательском отчете за 1992 г. (RR:D02-1307)* при анализе стандартных образцов (SRM), содержащих известные концентрации серы в углеводородах.

15.2.1 Для определения смещения проведены испытания трех стандартных образцов (SRM) Национального института стандартов и технологий (NIST). Этими образцами были бензины SRM 2298 с концентрацией серы (4,7 ± 1,3 мкг/г) и SRM 2299 с концентрацией серы (13,6 ± 1,5 мкг/г) и дизельное топливо SRM 2723a с концентрацией серы (11,0 ± 1,1 мкг/г). Расхождения, наблюдаемые между значениями, определенными при ILS, и аттестованными значениями (ARV) для стандартов NIST, не были статистически значимыми при доверительной вероятности 95 % [см. таблицу 4 и RR:D02-1547 (2000—2001)]*.

15.3 В таблице 3 приведены примеры вычисленной прецизионности для образцов, указанных выше, содержащих менее 400 мг/кг серы.

Таблица 3 — Сходимость r и воспроизводимость R

Концентрация серы, мг/кг	r	R
1	0,2	0,6
5	0,6	1,9
10	1,0	3,3
50	3,4	10,9
100	5,7	18,3
400	16,0	51,9

Таблица 4 — Сравнение результатов межлабораторных исследований ASTM ILS (RR) образцов NIST с аттестованным значением (ARV) содержания серы в них

Обозначение стандартного образца (SRM) NIST	Содержание серы в образце NIST, мг/кг	Матрица образца	Среднеарифметическое значение измеренного содержания серы, мг/кг (ASTM ILS)	Наблюдаемое расхождение содержания серы, мг/кг	Статистическая значимость расхождения содержания серы (доверительная вероятность 95 %)
NIST 2298	4,7 (±1,3)	Бензин	3,6 (±0,19)	1,1	Нет
NIST 2299	13,6 (±1,5)	Бензин	11,6 (±0,52)	2,0	Нет
NIST 2723a	11,0 (±1,1)	Дизель	10,2 (±0,44)	0,8	Нет

* Подтверждающие данные находятся в ASTM International Headquarters и могут быть получены при запросе исследовательских отчетов, приведенных в 15.1.

Приложение X1
(справочное)

Контроль качества

X1.1 Подтверждают правильность работы прибора или процедуры испытания путем анализа образца контроля качества (QC).

X1.2 Перед проведением контроля процесса измерения пользователь метода должен определить средние значения и контрольные пределы образца QC (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7)*.

X1.3 Для установления статуса статистического контроля всего процесса испытания регистрируют результаты QC и анализируют с помощью контрольных карт или другой статистически равноценной процедуры (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7). Причины появления любых выпадающих результатов должны быть исследованы. Результаты исследования могут, но не обязательно, приводить к повторной калибровке прибора.

X1.4 При отсутствии конкретных требований, приведенных в стандарте на метод испытаний, частота проведения QC определяется значимостью измеряемого показателя, продемонстрированной стабильностью процесса измерения и требованиями заказчика. Обычно образец QC анализируют каждый день перед анализом испытуемых образцов. Частоту испытаний QC увеличивают, если ежедневно анализируют большое количество образцов. Однако если продемонстрировано, что процедура испытаний находится под статистическим контролем, можно уменьшить частоту испытаний QC. Для обеспечения качества получаемых результатов проверяют соответствие прецизионности результатов анализа образца QC прецизионности настоящего метода.

X1.5 Рекомендуется, чтобы по возможности тип образца QC, был представительным по отношению к обычно анализируемым материалам. На период проведения испытаний должно быть обеспечено достаточное количество образца QC, однородного и стабильного в предполагаемых условиях хранения (подробное руководство процедурами QC и приемами работы с контрольными картами приведено в ASTM D 6299 и ASTM MNL 7).

* ASTM MNL 7: Руководство по представлению данных анализа в виде контрольных карт. 6-е изд. ASTM International, W. Conshohocken.

Приложение Х2
(справочное)

Важные факторы определения концентрации серы в углеводородах при прямом вводе образца

Х2.1 Температура печи

Для определения содержания серы необходима температура (1075 ± 25) °С. Следует использовать кварцевую вату в зоне сжигания пиролизной трубки.

Х2.2 Положение кончика иглы во время ввода

Кончик иглы должен полностью находиться в самой горячей зоне печи при вводе образца в печь. Это обеспечивает сборка аппарата в соответствии со спецификацией изготовителя и полное введение иглы.

Х2.3 Пик ввода / пустая игла

Избегают нарушения базовой линии, вызванного введением иглы в мембану (септу). После измерения объема образца в шприце отодвигают плунжер для образования воздушного зазора приблизительно не более 10 % шкалы шприца. Вставляют иглу шприца во входное отверстие и позволяют сгореть содержимому иглы — пустая игла/мембрана. Переустанавливают базовую линию прибора или при необходимости включают интеграцию до введения содержимого шприца.

Х2.4 Время выдерживания иглы в печи

Время пребывания иглы в печи следует согласовать с последующим вводом образца. При прямом вводе рекомендуется, чтобы игла оставалась в печи до возвращения прибора к базовой линии и завершения анализа введенного материала.

Х2.5 Вводимый объем

Как правило, для измерения малых содержаний серы требуется больший объем образца. При выборе оптимального объема образца ориентируются на его неполное сгорание, о чем свидетельствует образование сажи на пути прохождения образца. Для предотвращения образования сажи уменьшают скорость ввода образца из шприца и/или увеличивают подачу кислорода. Примеры объемов водимого образца:

следовое содержание серы до 5 мг/кг ..... от 10 до 20 мкл;
содержание серы от 5 до 100 мг/кг ..... от 5 до 10 мкл;
содержание серы более 100 мг/кг до % ..... 5 мкл.

Х2.6 Скорость и частота ввода

Медленно выпускают содержимое шприца в печь со скоростью примерно 1 мкл/с (для модели 735 скорость привода равна 700—750). Частота ввода варьируется в зависимости от метода обработки образца и шприца, скорости ввода и времени пребывания иглы в печи. Обычная частота ввода предусматривает не менее 3,5 мин. между вводами.

Х2.7 Путь потока, проверка герметичности и противодавление

Путь потока образца при испытании должен быть герметичным в соответствии с рекомендуемой изготовителем процедурой и давлением от 2 до 3 фунтов на квадратный дюйм (psi). Противодавление на пути потока при нормальной работе может составлять от 0,75 до 2,00 фунтов на квадратный дюйм.

Х2.8 Установки газового потока

Подачу газа к разным точкам пути прохождения образца следует последовательно контролировать для обеспечения равномерного, полного сгорания образца (см. таблицу Х2.1).

Таблица Х2.1 — Настройки газового потока — анализ с прямым вводом

Типичный поток газа	Шариковый расходомер	Создаваемый поток (MFC), $см^3$/мин
Установка расходомера газа-носителя на входе[a)]	3,4—3,6	140—160
Установка расходомера кислорода на входе	0,4—0,6	10—20
Установка расходомера для кислорода в печи	3,8—4,1	450—500
Установка расходомера генератора озона[b)]	1,5—1,7	35—45

[a)] В качестве газа-носителя можно использовать гелий или аргон.
[b)] Поток к генератору озона (дополнительное оборудование).

X2.9 Продувка мембранного осушителя

Воду, образующуюся во время сжигания образца, удаляют мембранным осушителем. Затем воду из мембранного осушителя необходимо удалить. Чтобы аппарат, который использует осушающий сепаратор (рециркуляция потока), обеспечивал мембранный осушитель продувочным газом, заменяют осушающий агент при изменении цвета (от голубого до розового). При применении вспомогательного газового потока устанавливают продувочный поток мембранного осушителя на 200—250 $см^3$/мин.

X2.10 Однородность образца / чувствительность калибровки

Перед анализом хорошо перемешивают образцы и калибровочные материалы. Минимальная чувствительность детектора: для модели 7000 должна быть не менее 2000—3000 подсчетов; для модели 9000 — не менее 200—300 подсчетов, или троекратный фоновый сигнал базовой линии для самой низкой точки на калибровочной кривой. Самая высокая точка на калибровочной кривой находится ниже точки насыщения детектора; в качестве руководства используют максимальную чувствительность, равную от 350 000 до 450 000 подсчетов (модель 7000). Модель 9000 не должна иметь пиков с плоскими вершинами. Регулируют коэффициент усиления, напряжение PMT и/или размер образца соответственно.

X2.11 Стабильность базовой линии

Перед анализом, особенно при анализе образцов с низким содержанием серы, следует убедиться, что базовые линии детектора стабильны и свободны от фонового сигнала. При заданном коэффициенте усиления можно отрегулировать напряжение фотоумножителя для обеспечения максимальной чувствительности при сохранении стабильной базовой линии, свободной от фонового сигнала, пользователи модели 9000 для снижения фонового сигнала базовой линии могут использовать функции оценки базовой линии и пороговую функцию.

X2.12 Калибровочные материалы / построение стандартной калибровочной кривой

Готовят калибровочные стандарты с растворителями, имеющими минимальное загрязнение серой или не имеющими серы по сравнению с концентрацией, ожидаемой в неизвестном образце. Корректируют вклад серы из растворителей и примесей исходного материала. Используют калибровочные кривые, которые берут в вилку предполагаемое содержание серы в неизвестном образце. Нет необходимости искусственно проводить калибровочную кривую через нулевую точку осей координат. Готовят стандартные концентрации, которые дадут линейную калибровочную кривую, не превышающую динамический диапазон детектора (используют коэффициент корреляции 0,999 и от одного до двух порядков значения величины, например содержание серы от 5 до 100 мг/кг, в качестве руководства). Калибровочная кривая должна давать оценочное значение, которое можно использовать для вычисления содержания серы в образце в массовых долях.

Приложение Х3
(справочное)

Важные факторы определения концентрации серы в углеводородах при вводе образца в лодочке

Х3.1 Температура печи

Для определения содержания серы требуется температура (1075 ± 25) °С. В зоне сжигания необходимо использовать кварцевую вату.

Х3.2 Перемещение лодочки

Лодочка должна быть полностью введена в зону ввода в печь. Это обеспечивает сборка аппарата в соответствии со спецификацией изготовителя.

Х3.3 Скорость ввода лодочки и время пребывания образца в печи

Лодочку вводят в печь, используя скорость привода от 140 до 160 мм/мин (модель 735 устанавливают на 700—750). Для обеспечения полного сжигания образца можно уменьшить скорость подачи лодочки или оставить на короткое время лодочку в печи. Лодочка должна выходить из печи после завершения детектирования. Время пребывания лодочки в печи может варьироваться в зависимости от летучести образца и концентрации измеряемого элемента (серы). Обычное время пребывания лодочки в печи составляет от 15 до 60 с.

Х3.4 Объем вводимого образца

Как правило, для измерения более низких концентраций серы требуются бóльшие объемы образца. При определении оптимального объема образца проверяют наличие продуктов неполного сгорания (копоти) на пути прохождения образца. Для предотвращения образования копоти замедляют скорость подачи лодочки в печь, увеличивают время ее нахождения в печи и/или увеличивают подачу кислорода для пиролиза. Примеры объемов водимого образца:

следовые количества серы — до 5 мг/кг ..... от 10 до 20 мкл;
содержание серы от 5 до 100 ppm (мг/кг) ..... от 5 до 10 мкл;
содержание серы от 100 мг/кг до % ..... 5 мкл.

Х3.5 Скорость и частота ввода

Медленно выпускают содержимое шприца в печь со скоростью примерно 1 мкл/с, соблюдая аккуратность, чтобы вытеснить последнюю каплю образца. Для обеспечения количественного ввода образца в лодочку для образца помещают кварцевую вату или равноценный пригодный материал (см. 6.8). Частота ввода зависит от скорости подачи лодочки, содержания серы, времени пребывания лодочки в печи и охлаждающей способности устройства зоны загрузки лодочки. Обычная частота ввода предусматривает не менее 2,5 мин. между вводами.

Х3.6 Температура лодочки при вводе образца

При вводе летучего образца принимают меры для обеспечения температуры лодочки, равной или ниже температуры окружающей среды. Оставляют лодочку не менее чем на 60 с в зоне охлаждения между вводами образца. Некоторое количество серы может быть измерено по мере испарения образца при приближении лодочки к печи. Охлаждение лодочки до температуры ниже температуры окружающей среды может уменьшить это испарение.

Х3.7 Путь потока образца — проверка герметичности и противодавление

Путь потока образца при испытании должен быть герметичным в соответствии с рекомендуемой изготовителем процедурой и давлением от 2 до 3 фунтов на квадратный дюйм (psi). Противодавление на пути потока при нормальной работе может быть от 0,75 до 2,00 фунтов на квадратный дюйм (psi) для систем без отвода газов в атмосферу.

Х3.8 Установки газового потока

Подачу газа в разные точки пути прохождения образца следует последовательно контролировать для обеспечения равномерного, полного сгорания образца (см. таблицу Х3.1).

Таблица Х3.1 — Установки газового потока — анализ с вводом лодочки

Типичный поток газа	Шариковый расходомер	Создаваемый поток (MFC), $см^3$/мин
Установка расходомера газа-носителя на входе[a)]	3,4—3,6	130—160
Установка расходомера кислорода на входе	0,4—0,6	10—20

Окончание таблицы X3.1

Типичный поток газа	Шариковый расходомер	Создаваемый поток (MFC), $см^3$/мин
Установка расходомера для подачи кислорода в печь	3,8—4,1	450—500
Установка расходомера генератора озона[b)]	1,5—1,7	35—45
[a)] В качестве газа-носителя можно использовать гелий или аргон. [b)] Поток к генератору озона (дополнительное оборудование).		

X3.9 Продувка мембранного осушителя

Воду, образующуюся при сжигании образца, удаляют мембранным осушителем. Затем воду необходимо удалить из мембранного осушителя. Чтобы аппарат, который использует осушающий сепаратор (рециркуляция потока), обеспечивал мембранный осушитель продувочным газом, заменяют осушающий агент при изменении цвета (от голубого до розового). При применении вспомогательного газового потока устанавливают продувочный поток мембранного осушителя на 200—250 $см^3$/мин.

X3.10 Однородность образца / чувствительность калибровки

Перед анализом хорошо перемешивают образцы и калибровочные материалы. Минимальная чувствительность детектора: для модели 7000 должна быть не менее 2000—3000 подсчетов; для модели 9000 — не менее 200—300 подсчетов, или троекратный фоновый сигнал базовой линии для самой низкой точки на калибровочной кривой. Самая высокая точка на калибровочной кривой находится ниже точки насыщения детектора; используют в качестве руководства максимальную чувствительность, равную 350 000—450 000 подсчетов (модель 7000). Модель 9000 не должна иметь пиков с плоскими вершинами. Регулируют коэффициент усиления, напряжение PMT и/или размер образца соответственно.

X3.11 Холостой опыт с лодочкой / стабильность базовой линии

Перед проведением анализа, особенно образцов с низким содержанием серы, вводят пустую лодочку в печь, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений лодочки или внутренней поверхности пиролизной трубки около зоны ввода. Нагревают пустую лодочку в печи для обеспечения ее чистоты, затем быстро перемещают лодочку в зону ввода.

Примечание X3.1 — Если горячая лодочка, возвращаемая в зону ввода, вызывает нарушение базовой линии, то повторяют цикл ввода и вывода лодочки до измерения серы. Для данного коэффициента усиления напряжение фотоумножителя можно регулировать для обеспечения максимальной чувствительности при сохранении стабильной базовой линии, свободной от фонового сигнала. Пользователи модели 9000 для снижения фонового сигнала базовой линии могут использовать функции оценки базовой линии и пикового порога.

X3.12 Калибровочные материалы / построение стандартной калибровочной кривой

Готовят калибровочные стандарты с растворителями, имеющими минимальное загрязнение серой или не имеющими серы по сравнению с концентрацией, ожидаемой в неизвестном образце. Корректируют вклад серы из растворителей и примесей исходного материала. Используют калибровочные кривые, которые берут в вилку предполагаемое содержание серы в неизвестном образце. Нет необходимости искусственно проводить калибровочную кривую через нулевую точку осей координат. Готовят стандартные концентрации, которые дадут линейную калибровочную кривую, не превышающую динамический диапазон детектора (используют коэффициент корреляции 0,999 и от одного до двух порядков значения величины, например содержание серы от 5 до 100 мг/кг, в качестве руководства). Калибровочная кривая должна давать оценочное значение, которое можно использовать для вычисления содержания серы в образце в массовых долях.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 1298—2012b	IDT	ГОСТ 33364—2015 «Нефть и нефтепродукты жидкие. Определение плотности, относительной плотности и плотности в градусах API ареометром»
ASTM D 4052	—	*
ASTM D 4057—2006	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4177	—	*
ASTM D 6299	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM. Перевод данного стандарта ASTM находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 665.71:628.9.03:006.354 МКС 75.100, 75.160.20 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, определения общего содержания серы, метод ультрафиолетовой флуоресценции

БЗ 1—2018/130

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 14.12.2017. Подписано в печать 17.01.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,51. Тираж 24 экз. Зак. 2745.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru