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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33912—
2016**

ТОПЛИВО АВИАЦИОННОЕ И НЕФТЯНЫЕ ДИСТИЛЛЯТЫ

Определение типов ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектором

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», 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 Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 ноября 2016 г. № 93-П)

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
Грузия	GE	Грузстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2017 г. № 245-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33912—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6379—11 «Стандартный метод определения типов ароматических углеводородов в авиационном топливе и нефтяных дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектированием» («Standard test method for determination of aromatic hydrocarbon types in aviation fuels and petroleum distillates — High performance liquid chromatography method with refractive index detection», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом ASTM D02.04.0C «Жидкостная хроматография» технического комитета по стандартизации ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

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

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, 2017

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

Введение

Настоящий метод технически эквивалентен методу по IP 436—01, имеющему идентичное наименование. Формат ASTM использован, чтобы по возможности использовать эквивалентные методы испытаний по ASTM вместо методов по IP или ISO.

Настоящий метод предназначен для количественного определения типов углеводородов в топливах как один из нескольких возможных альтернативных инструментальных методов испытаний. Это не означает, что между настоящим методом и другими методами обязательно существует корреляция. Методы испытаний предназначены для предоставления такой информации, установление корреляции при необходимости является обязанностью (ответственностью) пользователя.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО АВИАЦИОННОЕ И НЕФТЯНЫЕ ДИСТИЛЛЯТЫ

Определение типов ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектором

Aviation fuels and petroleum distillates. Determination of aromatic hydrocarbon types by high performance liquid chromatography method with refractive index detector

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения содержания моноароматических и диароматических углеводородов в авиационных топливах и нефтяных дистиллятах, выкипающих в диапазоне от 50 °С до 300 °С, таких топливах как Jet A и Jet A-1. Общее содержание ароматических соединений вычисляют как сумму отдельных типов ароматических углеводородов.

Примечание 1 — Стандарт не распространяется на топлива и нефтяные дистилляты с конечной температурой кипения выше 300 °С, содержащие трициклические ароматические и высшие полициклические ароматические соединения; такие продукты анализируют по методу ASTM D 6591 или другому эквивалентному методу.

1.2 Настоящий метод используют для дистиллятов, содержащих от 10 % масс. до 25 % масс. моноароматических углеводородов и от 0 % масс. до 7 % масс. диароматических углеводородов.

1.3 Прецизионность настоящего метода установлена для дистиллятов, содержащих от 10 % масс. до 25 % масс. моноароматических углеводородов и от 0 % масс. до 7 % масс. диароматических углеводородов.

1.4 Соединения, содержащие серу, азот и кислород, могут оказывать мешающее воздействие. Моноалкены не влияют на результат, но присутствие сопряженных ди- и полиалкенов может исказить результаты.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты ASTM[1)]:

ASTM D 4052, Test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter (Метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API жидкостей с помощью цифрового плотномера)

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

---

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

Издание официальное

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

ASTM D 6591, Test method for determination of aromatic hydrocarbon types in middle distillates — High performance liquid chromatography method with refractive index detection (Метод определения типов ароматических углеводородов в средних дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с рефрактометрическим детектированием)

2.2 Стандарт энергетического института[2] (IP)

IP 436, Test method for determination of automatic hydrocarbon types in aviation fuels and petroleum distillates — High performance liquid chromatography method with refractive index (Метод определения типов ароматических углеводородов в авиационных топливах и нефтяных дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием коэффициента преломления).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения терминов, определенных для данного стандарта:

3.1.1 **диароматические углеводороды;** DAH (di-aromatic hydrocarbons, DAH): Соединения, имеющие бóльшие значения времени удерживания на установленной полярной колонке, чем моноароматические углеводороды (MAH).

3.1.2 **моноароматические углеводороды;** MAH (mono-aromatic hydrocarbons, MAH): Соединения, имеющие бóльшие значения времени удерживания на установленной полярной колонке по сравнению с неароматическими углеводородами, но меньшими значениями времени удерживания, чем диароматические углеводороды.

3.1.3 **неароматические углеводороды** (non-aromatic hydrocarbons): Соединения, имеющие меньшие значения времени удерживания на установленной полярной колонке, чем моноароматические углеводороды.

3.1.4 **общее содержание ароматических углеводородов** (total aromatic hydrocarbons): Суммарное содержание моно- и диароматических углеводородов.

Примечание 2 — Характеристики элюирования ароматических и неароматических соединений на установленной для метода полярной колонке для данного метода не определяли. Опубликованные и неопубликованные данные показывают, что каждый из этих типов углеводородов в качестве основных компонентов может включать:

1) неароматические углеводороды: ациклические и циклические алканы (парафины и нафтены), моноалкены (при наличии);

2) MAH: производные бензола, тетралина, индана, тиофены и сопряженные полиалкены;

3) DAH: производные нафталина, бифенилы, индены, флуорены, аценафтены, бензотиофены.

4 Сущность метода

4.1 Испытуемый образец разбавляют подвижной фазой в соотношении 1:1, например гептаном, и фиксированный объем полученного раствора вводят в высокоэффективный жидкостной хроматограф, оснащенный полярной колонкой. Колонка имеет низкое сродство к неароматическим углеводородам и обладает четко выраженной селективностью к ароматическим углеводородам. В результате селективности колонки ароматические углеводороды отделяются от неароматических углеводородов и разделяются на несколько отчетливых групп в соответствии со структурой колец, т. е. MAH и DAH.

4.2 Колонка соединена с рефрактометрическим детектором, который регистрирует компоненты по мере их элюирования из колонки. Электронный сигнал от детектора постоянно контролируется процессором. Амплитуды сигналов (площади пиков) от ароматических соединений образца сравнивают с данными, полученными ранее для калибровочных стандартов, и вычисляют массовые проценты MAH и DAH в образце. Суммарное содержание MAH и DAH регистрируют как общее содержание ароматических соединений в образце в массовых процентах (% масс.).

---

[2] Можно получить в Energy Institute, 61 New Cavendish St., London, WIG 7AR,U.K., gost.e-ecolog.ru

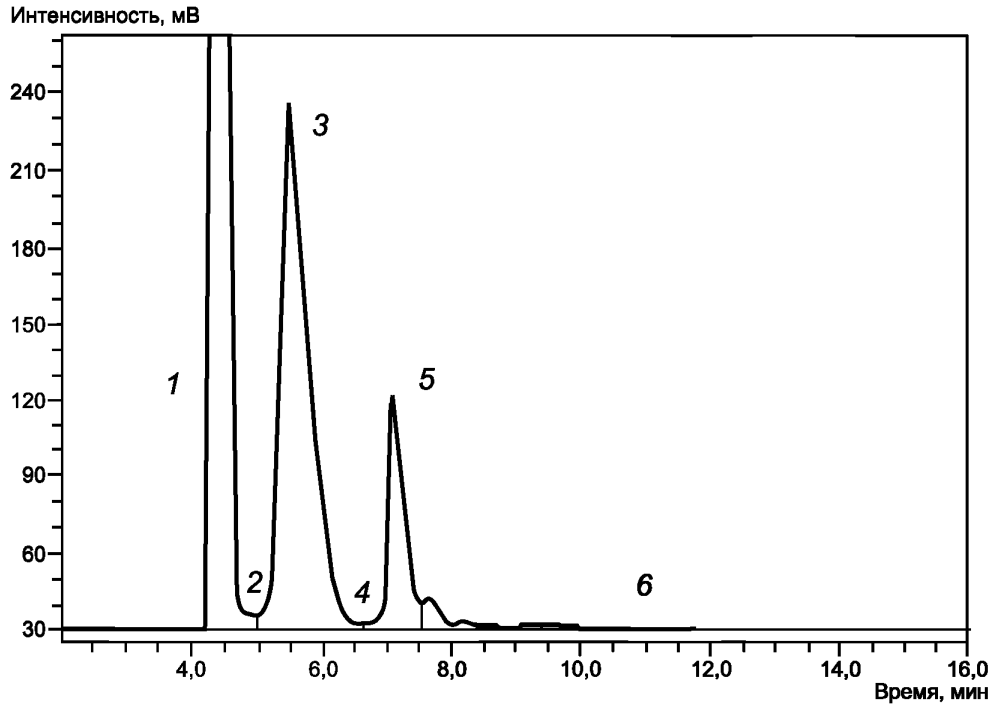
5 Назначение и применение

5.1 Точную информацию о количестве и типах ароматических углеводородов можно использовать для определения эффективности процессов нефтепереработки при получении товарных топлив. Эту информацию можно использовать также для установления качества топлива и оценки относительных характеристик сгорания товарных топлив.

6 Аппаратура

6.1 Высокоэффективный жидкостной хроматограф (HPLC)

Любой HPLC, обеспечивающий подачу подвижной фазы со скоростью от 0,5 до 1,5 мл/мин, с точностью не менее 0,5 % и пульсацией потока не более 1 % от полной шкалы регистрации в условиях испытаний по разделу 9 (см. рисунок 1).



1 — неароматические углеводороды; *2* — начало интегрирования МАН; *3* — моноароматические углеводороды; *4* — конец интегрирования МАН/начало интегрирования DAH; *5* — диароматические углеводороды; *6* — конец интегрирования DAH

Рисунок 1 — Пример хроматограммы образца авиационного топлива с указанием точек начала и конца интегрирования и типов ароматических соединений

6.2 Система ввода образца

Система ввода 10 мкл (номинальный объем) раствора образца должна обеспечивать воспроизводимость объема образца не более чем 2 %.

6.2.1 В хроматограф должны вводиться одинаковые и постоянные объемы калибровочного и исследуемого растворов. Ручные и автоматические системы ввода образцов (использующие полное или частичное заполнение петлевого дозатора) при условии правильного применения должны отвечать требованиям повторяемости, приведенным в 6.2. При использовании режима частичного заполнения петли рекомендуется, чтобы вводимый объем был меньше половины общего объема петли. В режиме полного заполнения петли наилучшие результаты получают при промывании петлевого дозатора раствором не менее шести раз.

6.2.2 Можно использовать объемы вводимого образца, отличающиеся от 10 мкл (обычно в диапазоне от 3 до 20 мкл), при условии выполнения требований по повторяемости объема вводимого образ-

ца (см. 6.2), чувствительности и линейности коэффициента рефракции (см. 9.4 и 10.1) и разрешающей способности колонки (см. 9.4).

6.3 Фильтр для образца (при необходимости)

Для удаления твердых частиц из растворов образца рекомендуется использовать микрофильтр пористостью не более 0,45 мкм, химически инертный к углеводородным растворителям.

6.4 Хроматографическая колонка

Можно использовать насадочную колонку из нержавеющей стали для HPLC, заполненную неподвижной фазой — оксидом кремния с привитой аминогруппой (или с привитой полярной аминоцианогруппой)[3)], обеспечивающую требования к разрешающей способности по 9.4.3. Установленным требованиям соответствуют колонки длиной от 150 до 300 мм, внутренним диаметром от 4 до 5 мм, заполненные неподвижной фазой с размером частиц 3 или 5 мкм. Рекомендуется (но не обязательно) использовать предколонку (например, длиной 30 мм и внутренним диаметром 4,6 мм), заполненную диоксидом кремния или диоксидом кремния с привитой аминогруппой.

6.5 Термостат колонки для HPLC

Любой подходящий термостат колонки для HPLC (нагревательный блок или с циркуляцией воздуха), обеспечивающий поддержание постоянной температуры с точностью ± 1 °С в диапазоне от 20 °С до 40 °С.

Примечание 3 — Рефрактометрический детектор чувствителен как к резким, так и к постепенным изменениям температуры подвижной фазы (элюента). Следует обеспечивать постоянную температуру в системе жидкостного хроматографа.

Примечание 4 — Можно использовать другие методы контроля температуры, например, термостатирование температуры в лаборатории.

6.6 Рефрактометрический детектор

Можно использовать рефрактометрический детектор с рабочим диапазоном коэффициента преломления от 1,3 до 1,6, соответствующий требованиям чувствительности по 9.4.2, обеспечивающий линейный отклик в диапазоне калибровки, выходной сигнал которого согласовывается с системой сбора данных. Если рефрактометрический детектор имеет отдельный термостат, рекомендуется устанавливать его температуру, равную температуре колонки.

6.7 Компьютер или вычисляющий интегратор

Можно использовать любую систему сбора данных, совместимую с рефрактометрическим детектором с частотой сбора информации не более 1 Гц, обеспечивающую определение площадей пиков и время их удерживания. Система сбора данных должна иметь минимальный набор программных средств для последующей обработки результатов анализа, таких как корректировка базовой линии и повторное интегрирование. Рекомендуется (но не обязательно), чтобы система обеспечивала автоматическое детектирование и идентификацию пиков, а также вычисление содержания компонентов по измеренной площади пика.

6.8 Мерные колбы

Мерные колбы вместимостью 10 и 100 $см^3$ не ниже класса В.

6.9 Аналитические весы

Аналитические весы с точностью взвешивания до ± 0,0001 г.

7 Реактивы

7.1 Циклогексан с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Примечание 5 — Циклогексан может содержать примесь бензола.

[3)] Приемлемые результаты получают с использованием неподвижных фаз Spherisorb NH_2, Spherisorb $5NH_2$, Partisil 5 PAC, Partisphere 5 PAC.

7.2 Гептан квалификации для HPLC в качестве подвижной фазы (**Предупреждение** — Углеводородные растворители легко воспламеняются и могут вызывать раздражение при вдыхании, проглатывании или контакте с кожей).

Примечание 6 — Рекомендуется перед использованием дегазировать подвижную фазу HPLC.

7.3 1-Метилнафталин с содержанием основного вещества не менее 98 % (**Предупреждение** — При работе с ароматическими соединениями следует использовать перчатки (например, одноразовые виниловые).

Примечание 7 — Чистоту реактивов определяют газовой хроматографией с пламенно-ионизационным детектором. Следует использовать стандартные вещества с максимально возможным содержанием основного вещества. Образцы с содержанием основного вещества не менее 98 % можно приобрести у всех основных поставщиков.

7.4 *о*-Ксилол (1,2-диметилбензол) с содержанием основного вещества не менее 98 %.

8 Отбор проб

8.1 Лабораторная проба топлива должна быть представительной для всей партии топлива. Пробу следует отбирать по ASTM D 4057, ASTM D 4177 или эквивалентным стандартам.

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Устанавливают хроматограф, систему ввода образца, хроматографическую колонку, термостат колонки, рефрактометрический детектор и вычислительный интегратор в соответствии с указаниями изготовителя. Колонку для HPLC устанавливают в термостат колонки.

Примечание 8 — Термостат колонки необязателен, если используются другие устройства для поддержания постоянной температуры, например термостатирование помещения лаборатории (см. 6.5).

9.2 Устанавливают постоянную скорость потока подвижной фазы (1,0 ± 0,2) $см^3$/мин и убеждаются, что ячейка сравнения рефрактометрического детектора заполнена подвижной фазой (см. 6.6). Позволяют стабилизироваться температуре термостата колонки (и детектора, если он оснащен контролем температуры).

9.2.1 Для уменьшения дрейфа важно, чтобы ячейка сравнения детектора была заполнена растворителем. Наилучший способ заполнения:

1) пропускают подвижную фазу через ячейку сравнения непосредственно перед анализом (с последующей изоляцией ячейки сравнения для исключения испарения растворителя);

2) пропускают постоянный поток подвижной фазы через ячейку сравнения для компенсации испарения. Поток должен быть оптимизирован таким образом, чтобы несогласованность между аналитической ячейкой и ячейкой сравнения, возникающая из-за испарения и градиентов температуры или давления, была минимальной. Как правило, это может быть достигнуто, если поток подвижной фазы через ячейку сравнения составляет одну десятую от потока через аналитическую ячейку.

Примечание 9 — Скорость потока подвижной фазы может быть отрегулирована на оптимальное значение (обычно в диапазоне от 0,8 до 1,2 $см^3$/мин) для получения разрешающей способности, установленной в 9.4.3.

9.3 Готовят стандарт для проверки разрешающей способности системы (SRS). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ взвешивают (1,0 ± 0,1) г циклогексана, (0,50 ± 0,05) г *о*-ксилола и (0,050 ± 0,005) г 1-метилнафталина и доводят гептаном до метки.

Примечание 10 — Раствор SRS может храниться не более одного года в плотно закрытой посуде в темном месте при температуре от 5 °С до 25 °С.

9.4 После стабилизации рабочих условий, что подтверждается стабильной горизонтальной нулевой линией, вводят 10 мкл SRS (см. 9.3) и регистрируют хроматограмму, используя систему сбора данных.

Примечание 11 — Дрейф нулевой линии за период хроматографического анализа должен быть не более 0,5 % высоты пика цикпогексана. Дрейф нулевой линии более указанного значения свидетельствует о проблемах с поддержанием температуры колонки, рефрактометрического детектора и/или элюированием полярной фазы из колонки. Для достижения жидкостным хроматографом стабильного состояния может потребоваться до 1 ч.

9.4.1 Убеждаются, что при разделении все три компонента SRS достигают нулевой линии.

9.4.2 Убеждаются, что система сбора данных может точно измерить площадь пика 1-метилнафталина.

Примечание 12 — Отношение сигнал: шум для пика 1-метилнафталина должно быть не менее 3:1.

9.4.3 Убеждаются, что разрешение для пиков циклогексана и *о*-ксилола не менее пяти.

9.4.3.1 Разрешающая способность колонки

Вычисляют разрешающую способность колонки для пиков циклогексана и *о*-ксилола по формуле

$$\text{Разрешающая способность колонки} = \frac{2(t_2 - t_1)}{1{,}699(y_2 + y_1)}, \quad (1)$$

где t_2 — время удерживания пика *о*-ксилола, с;

t_1 — время удерживания пика циклогексана, с;

y_2 — ширина пика *о*-ксилола на половине его высоты, с;

y_1 — ширина пика циклогексана на половине его высоты, с.

Если разрешающая способность колонки меньше пяти, убеждаются, что все компоненты системы работают правильно, а мертвый объем колонки минимален. Регулируют скорость потока жидкой фазы, если это улучшает разрешающую способность колонки, убеждаются в соответствии подвижной фазы требуемому качеству, регенерируют или заменяют колонку.

9.5 Повторяют процедуры по 9.4 и убеждаются, что повторяемость измерения площадей пиков *о*-ксилола и 1-метилнафталина находится в пределах прецизионности настоящего метода испытания.

Примечание 13 — Если повторяемость определения площадей пиков неудовлетворительная, проверяют работу устройства ввода образца, стабильность нулевой линии (минимальный дрейф) и отсутствие шумов.

10 Проведение испытаний

10.1 Калибровка

10.1.1 Готовят четыре раствора калибровочных стандартов (A, B, C и D) в соответствии с таблицей 1. Взвешивают указанные материалы с точностью до 0,0001 г в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доводят гептаном до метки.

Примечание 14 — Рекомендуемые содержания материалов, указанные в таблице 1, охватывают большинство дистиллятов нефтепродуктов, выкипающих в диапазоне кипения продукта. Можно использовать другие концентрации стандартных растворов при условии, что они отвечают требованиям метода (по линейности, чувствительности детектора и разрешающей способности колонки).

Таблица 1 — Калибровочные стандартные растворы

Раствор	Калибровочный стандарт			
	A	B	C	D
Циклогексан, г/100 см^3	5,0	2,0	0,5	0,1
о-Ксилол, г/100 см^3	15,0	5,0	1,0	0,1
1-Метилнафталин, г/100 см^3	5,0	1,0	0,2	0,05

Примечание 15 — Хранят растворы калибровочных стандартов не более 6 мес в плотно укупоренных бутылках (например, в мерных колбах вместимостью 100 см^3) в темном месте при температуре от 5 °С до 25 °С.

10.1.2 После стабилизации рабочих условий (см. 9.4) вводят в колонку 10 мкл калибровочного стандарта А. Регистрируют хроматограмму и измеряют площади пиков для каждого ароматического компонента. Убеждаются, что при разделении все три компонента достигают нулевой линии.

10.1.3 Повторяют процедуру по 10.1.2 для калибровочных стандартов B, C и D.

10.1.4 Строят график зависимости содержания компонента (г/100 см^3) от площади пиков для каждого ароматического компонента, т. е. *о*-ксилола и 1-метилнафталина. Калибровочный график должен быть линейным с коэффициентом корреляции не менее 0,999 и точкой пересечения с осью ординат

не более ± 0,01. Для построения калибровочного графика можно использовать компьютер или систему обработки данных.

Примечание 16 — Ежедневную калибровку следует проводить только для рефрактометрического детектора.

Примечание 17 — Для проверки стабильности системы рекомендуется после каждых пяти образцов анализировать эталонное топливо или один из четырех калибровочных стандартов.

Примечание 18 — Для определения содержания ароматических углеводородов в процентах по объему вместо содержания в процентах по массе строят калибровочный график зависимости содержания материала (в $см^3$/100 $см^3$) от площади пика вместо графика зависимости содержания материала (в г/100 $см^3$) от площади пика. Для преобразования содержания *о*-ксилола и 1-метилнафталина (в % масс.) в проценты по объему делят соответствующие значения содержания в г/100 $см^3$ на значение плотности ароматического соединения при температуре 20 °С (см. также примечания 19 и 22).

10.2 Анализ образцов

10.2.1 В мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ взвешивают от 4,9 до 5,1 г образца с точностью до 0,001 г и доводят гептаном до метки. Тщательно перемешивают. Выдерживают раствор 10 мин и, при необходимости, фильтруют по 6.3 для удаления нерастворимых частиц.

10.2.1.1 Для продуктов, в которых содержание одного или более типов ароматических углеводородов выходит за пределы калибровочного диапазона, готовят соответственно более концентрированный (например, 10 г/10 $см^3$) или более разбавленный (2 г/10 $см^3$) раствор образца.

Примечание 19 — Для определения содержания ароматических углеводородов в процентах по объему:

1) отмеряют пипеткой точно 5 $см^3$ образца в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ и доводят гептаном до метки (готовят образец для испытания объемным разбавлением);

2) делят массу порции испытуемого образца на его плотность, определенную по ASTM D 4052, для преобразования в объем (см. примечания 18 и 22).

10.2.2 Когда рабочие условия стабилизируются (см. 9.4) и станут идентичными условиям при проведении калибровки (см. 10.1), вводят 10 мкл раствора испытуемого образца (см. 10.2.1) и запускают систему сбора данных.

10.2.3 В соответствии с примером, приведенным на рисунке 1, задают подходящий способ обнаружения и идентификации МАН и DAH. На рисунке 1 изображена типичная хроматограмма образца авиационного топлива.

10.2.4 Проводят базовую линию непосредственно перед пиком неароматических соединений до точки на хроматограмме, где базовая линия стабилизировалась и является прямой после элюирования всех компонентов. Опускают вертикальные линии из впадин в соответствующих точках до базовой линии (см. рисунок 1) и вычисляют площади пиков для МАН и DAH.

Примечание 20 — Если обработка хроматографических данных происходит автоматически, необходимо визуально проконтролировать правильность идентификации и интегрирования пиков.

11 Вычисления

11.1 Содержание ароматических углеводородов в процентах по массе

Вычисляют содержание МАН и DAH, % масс., по формуле

$$\text{Содержание МАН и DAH} = \frac{\left[(A \cdot S) + I\right] V}{M}, \qquad (2)$$

где A — площадь пика МАН или DAH в образце;

S — угловой коэффициент калибровочного графика для МАН или DAH (в координатах зависимости содержания % масс./*v* от площади пика);

I — отрезок, отсекаемый на оси ординат калибровочным графиком МАН и DAH, % масс./*v*;

V — общий объем испытуемого раствора образца, $см^3$ (см. 10.2.1);

M — масса испытуемого образца, г (см. 10.2.1).

Примечание 21 — Вычисление может быть выполнено системой сбора данных.

Примечание 22 — Для определения содержания типов ароматических углеводородов в процентах по объему используют значения углового коэффициента и отрезка, отсекаемого на оси ординат калибровочным графиком по калибровочным графикам в процентах по объему (см. примечание 18) и объем образца (см. примечание 19) вместо значений S, I и M по формуле (2).

11.2 Общее содержание ароматических углеводородов

Вычисляют общее содержание ароматических углеводородов в образце (% масс.) суммированием содержания отдельных типов углеводородов (т. е. MAH плюс DAH).

12 Протокол испытаний

12.1 Записывают содержание MAH, DAH и общее содержание ароматических углеводородов с точностью до 0,1 % масс.

12.2 Протокол испытаний должен содержать:

12.2.1 Обозначение настоящего стандарта.

12.2.2 Тип и идентификацию испытуемого продукта.

12.2.3 Результат испытания (см. раздел 11).

12.2.4 Любое отклонение от установленной процедуры.

12.2.5 Дату проведения испытаний.

13 Прецизионность и смещение[4)]

13.1 Прецизионность

Для оценки приемлемости полученных результатов (с 95 %-ной вероятностью) используют следующие критерии.

13.1.1 Повторяемость

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

	Диапазон, % масс.	Повторяемость
Диароматические углеводороды	0,10—6,64	$0{,}337X^{0{,}333}$
Моноароматические углеводороды	10,5—24,1	$0{,}129X^{0{,}667}$
Общее содержание ароматических углеводородов	10,6—29,8	$0{,}147X^{0{,}667}$,

где X — среднеарифметическое значение сравниваемых результатов.

13.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20:

	Диапазон, % масс.	Воспроизводимость
Диароматические углеводороды	0,10—6,64	$0{,}514X^{0{,}333}$
Моноароматические углеводороды	10,5—24,1	$0{,}261X^{0{,}667}$
Общее содержание ароматических углеводородов	10,6—29,8	$0{,}278X^{0{,}667}$,

где X — среднеарифметическое значение сравниваемых результатов.

[4)] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе Research Report RR:D02-1446.

13.1.3 Смещение

Настоящий метод не имеет смещения, т. к. результаты испытаний определяются только в терминах настоящего стандарта.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 4052	—	*
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4177	—	*
ASTM D 6591	—	*
IP 436	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

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

NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 662.7+665.7:665.6.033.25:543.544.5.068.7:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: авиационное топливо, нефтяные дистилляты, определение типов ароматических углеводородов, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии, рефрактометрический детектор

БЗ 5—2017/115

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 06.04.2017. Подписано в печать 19.04.2017. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 31 экз. Зак. 667.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru