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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 1601— 2012

Нефтепродукты жидкие

БЕНЗИН НЕЭТИЛИРОВАННЫЙ

Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора по кислороду (O-FID)

(EN 1601:1997, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

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 24 мая 2012 г. № 41)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 1601:1997 Liquid petroleum products — Unleaded petrol — Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen by gas chromatography (O-FID) [Нефтепродукты жидкие. Бензин неэтилированный. Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии (O-FID)].

Настоящий стандарт разработан на основе ГОСТ Р ЕН 1601—2007 «Нефтепродукты жидкие. Бензин неэтилированный. Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора по кислороду (O-FID)».

Европейский региональный стандарт разработан СЕН.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского регионального стандарта в связи с особенностями построения межгосударственной системы стандартизации.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 июня 2013 г. № 170-ст межгосударственный стандарт введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

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

© Стандартинформ, 2013

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 1
4 Реактивы и материалы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 3
7 Проведение испытания 3
8 Расчеты 5
9 Обработка результатов 6
10 Прецизионность 6
11 Протокол испытания 6
Приложение А (обязательное) Плотность органических кислородсодержащих соединений при температуре 15 °С 7
Приложение В (справочное) Руководство по технике использования селективного детектирования кислорода (O-FID) 12
Библиография 15
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам 15

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Нефтепродукты жидкие

БЕНЗИН НЕЭТИЛИРОВАННЫЙ

Определение органических кислородсодержащих соединений и общего содержания органически связанного кислорода методом газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора по кислороду (O- FID)

Liquid petroleum products. Unleaded petrol. Determination of organic oxygenate compounds and total organically bound oxygen content by gas chromatography method using the oxygen flame-ionization detector (O-FID)

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод газовой хроматографии для количественного определения содержания индивидуальных органических кислородсодержащих соединений в диапазоне от 0,17 % масс. до 15 % масс. и общего содержания органически связанного кислорода до 3,7 % масс. в неэтилированном бензине, имеющем температуру конца кипения не более 220 °С.

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за применение соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

EN ISO 3170 Petroleum liquids — Manual sampling (Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб) (ISO 3170:2004)

EN ISO 3171 Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling (Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода) (ISO 3171:1988)

3 Сущность метода

После разделения испытуемого образца на капиллярной колонке органические кислородсодержащие соединения (оксигенаты) селективно превращаются в монооксид углерода, водород и углерод в реакторе-пиролизере. Затем в реакторе-гидрогенизаторе монооксид углерода превращается в метан, который определяют, используя пламенно-ионизационный детектор по кислороду (O-FID)

Примечание — Руководство по селективному детектированию кислорода (O-FID) приведено в приложении В.

Издание официальное

4 Реактивы и материалы

Следует использовать только химически чистые реактивы.

4.1 Газы

4.1.1 Газ-носитель

Гелий или азот, не содержащий загрязняющих его углеводородов, кислорода и воды.

В качестве газа-носителя нельзя использовать водород, так как он мешает реакции крекинга.

4.1.2 Газы для реактора и детектора

Водород и воздух или кислород.

Предупреждение — Водород при смешивании с воздухом в концентрациях приблизительно от 4 % об. до 75 % об. образует взрывоопасную смесь. Для предотвращения утечек водорода в окружающее пространство все соединительные элементы и линии, по которым подается водород, должны быть газонепроницаемыми.

4.2 Реактивы для приготовления калибровочных образцов

Реактивы должны иметь чистоту не менее 99,0 % масс. Калибровочные образцы могут представлять собой комбинацию из следующих реактивов:

метанол (CH_3OH) (метиловый спирт, MeOH);

этанол (CH_3CH_2OH) (этиловый спирт, EtOH);

пропан-1-ол ($CH_3CH_2CH_2OH$) (пропиловый спирт, NPA);

пропан-2-ол [$(CH)_2CHOH$] (изопропиловый спирт, IPA);

бутан-1-ол [$CH_3(CH)_3OH$] (бутиловый спирт, NBA);

бутан-2-ол ($CH_3CH(OH)CH_2CH_3$) (*втор*-бутиловый спирт, SBA);

2-метилпропан-2-ол [$(CH_3)_3COH$] (*трет*-бутиловый спирт, TBA);

2-метилпропан-1-ол [$(CH_3)2CHCH_2OH$] (изобутиловый спирт, IBA);

пентан-2-ол [$CH_3CH(OH)CH_2CH_2CH_3$] (*втор*-амиловый спирт, SAA);

трет-бутилметиловый эфир [$(CH_3)_3COCH_3$] (метил-*трет*-бутиловый эфир, MTBE);

метил-*трет*-пентиловый эфир [$(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$] (*трет*-амилметиловый эфир, TAME);

этил-*трет*-пентиловый эфир [$(CH_3)_2C(OCH_2CH_3)CH_2CH_3$] (этил-*трет*-амиловый эфир, ETAE);

ацетон [$(CH_3)_2CO$];

бутанон [$(CH_2CH_2COCH_3$) (метилэтилкетон, MEK);

трет-бутилэтиловый эфир [$(CH_3)_3COCH_2,CH_3$] (этил-*трет*-бутиловый эфир, ETBE).

4.3 Внутренние стандарты

Используют один из реактивов, перечисленных в 4.2. Если есть вероятность, что все эти реактивы присутствуют в испытуемом образце, то используют другое органическое кислородсодержащее соединение, имеющее такую же чистоту и аналогичную летучесть.

4.4 Бензин, не содержащий органических кислородсодержащих соединений

Бензин, проверенный на отсутствие органических кислородсодержащих соединений, которые можно определять настоящим методом.

5 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и химическая посуда, а также следующее оборудование:

5.1 Газохроматографическая система

5.1.1 Газовый хроматограф

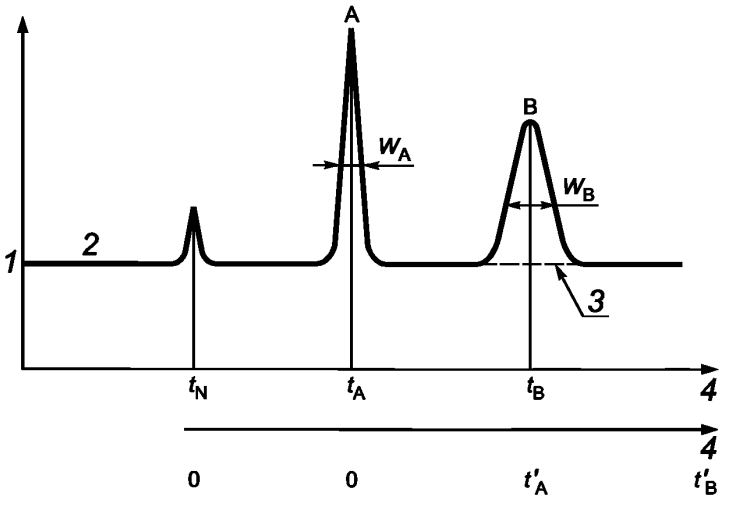
Газовый хроматограф оснащен селективной в отношении кислорода пламенно-ионизационной детектирующей системой.

5.1.2 Колонки

Разделительная капиллярная колонка с соответствующей фазой, обеспечивающей требуемое разрешение.

Примечание — Было определено, что подходящими материалами являются полиэтиленгликоль и метилсилоксан.

Разрешение между определяемыми соединениями, а также между водой и кислородом должно быть не менее 1.



1 — начало; *2* — нулевая линия; *3* — базовая линия; *4* — ось времени

Рисунок 1 — Расчет разрешения между пиками A и B

Разрешение R между пиками A и B (рисунок 1) рассчитывают по формуле

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

где t'_B — время удерживания компонента B;

t'_A — время удерживания компонента A;

W_A — ширина пика на половине его высоты, соответствующего компоненту A;

W_B — ширина пика на половине его высоты, соответствующего компоненту B.

Примечание — t_N — это соответствующее колонке нулевое время удерживания, то есть время, требующееся инертному компоненту (такому, как метан) для прохождения через колонку до регистрации хроматограммы.

5.1.3 Устройства для управления потоками газа-носителя, реакторного газа и газа детектора.

5.1.4 Регистрирующее устройство (регистратор) и/или интегрирующее устройство (интегратор)

Усилитель и регистрирующее устройство типа потенциометр или интегрирующее устройство или процессорная система обработки данных, дающая значения площадей, соответствующие значениям площадей пиков в квадратных миллиметрах.

5.2 Устройство для ввода испытуемого образца.

5.3 Контейнер для испытуемого образца обычно вместимостью от 10 до 100 см^3, закрывающийся фторопластовой (ПТФЭ — PTFE) пробкой с самоуплотняющейся резиновой прокладкой.

6 Отбор проб

Если в товарных спецификациях не указано иное, отбор проб следует проводить в соответствии с процедурами, описанными в ISO 3170 или ISO 3171, и/или в соответствии с требованиями национальных стандартов или норм, относящихся к отбору проб бензина.

7 Проведение испытания

7.1 Установка режима работы аппаратуры

7.1.1 Общие положения

Подготавливают оборудование и устанавливают условия испытаний в соответствии с инструкциями изготовителя оборудования.

7.1.2 Газ-носитель

Регулируют давление и скорость потока газа-носителя таким образом, чтобы разрешение соответствовало требованиям, указанным в 5.1.2.

Важно свести к минимуму количество кислорода в газе-носителе. Для снижения влияния мешающих факторов и уменьшения фона кислорода следует использовать фильтрующие системы, удаляющие кислород и воду.

7.2 Калибровка

Готовят калибровочный образец в соответствии с 7.4, для чего к определенной массе органических кислородсодержащих соединений (4.2) добавляют соединение, выбранное в качестве внутреннего стандарта (4.3), и разбавляют полученную смесь до определенной массы бензином (4.4).

Примечание — Калибровочный образец должен содержать те же кислородсодержащие соединения (и в тех же пропорциях), что и испытуемый образец бензина.

Вводят в газовый хроматограф соответствующее количество приготовленного калибровочного образца. Его количество должно быть таким, чтобы не нарушалась линейность работы детектора.

Для всех оцениваемых i-х компонентов определяют и регистрируют время удерживания и рассчитывают калибровочный коэффициент f (коэффициент чувствительности) по уравнению

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

где M_i — масса i-го компонента в калибровочном образце, г;

A_{st} — площадь пика, соответствующего внутреннему стандарту, мм^2;

A_i — площадь пика, соответствующего i-му компоненту, мм^2;

M_{st} — масса внутреннего стандарта в калибровочном образце, г.

Записывают значение коэффициента чувствительности, соответствующее каждому компоненту.

7.3 Определение плотности

Плотность испытуемого образца ρ определяют при температуре 15 °С в соответствии со стандартами [1], [2] или [3] и записывают полученный результат с точностью до 0,1 кг/м^3.

7.4 Подготовка испытуемого образца

Испытуемый образец охлаждают до температуры от 5 °С до 10 °С. Контейнер для испытуемого образца (5.3) с резиновой прокладкой взвешивают с точностью до 0,1 мг, не закупоривая контейнер плотно.

Необходимое количество внутреннего стандарта (4.3) помещают в контейнер для испытуемого образца и взвешивают его с точностью до 0,1 мг вместе с его содержимым и резиновой прокладкой, не закупоривая контейнер плотно. Масса внутреннего стандарта m_{st} , выраженная в граммах, должна составлять от 2 % масс. до 5 % масс. испытуемого образца m_s, но она не должна быть менее 0,050 г.

Необходимое количество охлажденного испытуемого образца (обычно от 5 до 100 см^3) помещают в контейнер и сразу же плотно закупоривают его. Контейнер для испытуемого образца взвешивают с точностью до 0,1 мг вместе с его содержимым.

Записывают выраженную в граммах массу отобранного для испытаний образца m_s с точностью до 0,1 мг.

Записывают количество внутреннего стандарта в приготовленном испытуемом образце (% масс.). Перемешивают содержимое контейнера с испытуемым образцом, встряхивая его до тех пор, пока содержимое не станет гомогенным.

7.5 Ввод испытуемого образца

Соответствующее количество приготовленного испытуемого образца (7.4) вводят в газовый хроматограф. Следят за тем, чтобы вводимое количество образца не превышало емкость колонки и других комплектующих газового хроматографа и не нарушало линейность работы детектора.

7.6 Анализ хроматограммы

Анализируют хроматограмму и идентифицируют компоненты испытуемого образца по соответствующим им значениям времени удерживания (7.2).

8 Расчеты

8.1 Расчет массы каждого компонента в испытуемом образце

Рассчитывают массу m_i, г, каждого содержащегося в испытуемом образце i-го компонента по формуле

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

где A_i — площадь пика соответствующего i-го компонента, мм^2;
f_i — коэффициент чувствительности соответствующего i-го компонента;
m_{st} — масса внутреннего стандарта, добавленного в испытуемый образец (7.4), г;
A_{st} — площадь пика, соответствующего внутреннему стандарту, мм^2.

8.2 Расчет содержания каждого компонента в испытуемом образце в процентах по массе

Рассчитывают значение ω_i, соответствующее каждому i-му компоненту, % масс., по формуле

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

8.3 Расчет содержания каждого компонента в испытуемом образце в процентах по объему

Рассчитывают значение ϕ_i, соответствующее каждому i-му компоненту, % об., по формуле

$$\phi_i = \frac{V_i}{V_s} 100, \quad (5)$$

где V_i — объем i-го компонента, см^3;
V_s — объем испытуемого образца, см^3 (7.4).

Объем i-го компонента V_i рассчитывают по массе каждого компонента, значениям плотности, приведенным в приложении А, и плотности испытуемого образца (7.3) с использованием следующего общего соотношения

$$\text{Объем} = \frac{\text{масса}}{\text{плотность}}.$$

Для i-го компонента это соотношение приобретает вид

$$V_i = \frac{m_i 1000}{\rho_i}, \quad (6)$$

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

Объем испытуемого образца V_s рассчитывают по формуле

$$V_s = \frac{m_s 1000}{\rho_s}. \quad (7)$$

8.4 Общее содержание органически связанного кислорода

По формуле (8) рассчитывают общее содержание органически связанного кислорода Ω, % масс., по процентному содержанию (% масс.) соответствующих индивидуальных компонентов после их идентификации

$$\Omega = \sum \frac{\omega_i 16{,}00}{W_i}, \quad (8)$$

где W_i — молекулярная масса i-го компонента.

Пример — Если было определено, что в испытуемом образце содержится 2 % масс. метанола и 4 % масс. этанола, то:

для метанола: $\omega_i = 2$ **% масс.;** $W_i = 32{,}04$;

для этанола: $\omega_i = 4$ **% масс.;** $W_i = 46{,}07$.

$$\Omega = \frac{2 \cdot 16{,}00}{32{,}04} + \frac{4 \cdot 16{,}00}{46{,}07} = 1{,}00 + 1{,}39 = 2{,}39 \text{ \% масс.}$$

9 Обработка результатов

Записывают содержание каждого компонента с точностью до 0,1 % масс. или 0,1 % об.

Записывают общее содержание органически связанного кислорода с точностью до 0,01 % масс.

За отсутствие принимают концентрацию метанола менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (раздел 1).

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний в течение длительного времени, может превышать значения, приведенные в таблицах 1 и 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 1 — Повторяемость и воспроизводимость результатов определения содержания органических кислородсодержащих соединений

Органические оксигенаты, % масс. или % об.	Повторяемость, % масс. или % об.	Воспроизводимость, % масс. или % об.
От 0,1 до 1,0 включ.	0,05	0,1
Св. 1,0 до 3,0 включ.	0,1	0,3
Св. 3,0 до 5,0 включ.	0,1	0,4
Св. 5,0 до 7,0 включ.	0,2	0,5
Св. 7,0 до 9,0 включ.	0,2	0,6
Св. 9,0 до 11,0 включ.	0,2	0,8
Св. 11,0 до 13,0 включ.	0,3	0,9
Св. 13,0 до 15,0 включ.	0,3	1,0

Таблица 2 — Повторяемость и воспроизводимость результатов определения общего содержания органически связанного кислорода

Общее содержание органически связанного кислорода, % масс.	Повторяемость, % масс.	Воспроизводимость, % масс.
От 1,5 до 3,0 включ.	0,08	0,3

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний в течение длительного времени, может превышать значения, указанные в таблицах 1 и 2, только в одном случае из двадцати.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать:

a) тип и идентификацию испытуемого нефтепродукта;
b) ссылку на настоящий стандарт;
c) использованную процедуру отбора проб (раздел 6);
d) плотность испытуемого образца (7.3);
e) результаты испытаний (раздел 9);
f) любые отклонения от описанной процедуры;
g) дату проведения испытаний.

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
Пропан-1-ол, $CH_3CH_2CH_2OH$	813,3
Пропан-2-ол, $(CH_3)_2CHOH$	789,5
Бутан-1-ол, $CH_3\,[CH_2]_3OH$	813,3
Бутан-2-ол, $CH_3CH(OH)CH_2CH_3$	810,6
2-Метилпропан-2-ол, $(CH_3)_3COH$	791,0
2-Метилпропан-1-ол, $(CH_3)_2CHCH_2OH$	805,8
Пентан-1-ол, $CH_3\,[CH_2]_4OH$	818,5
Пентан-2-ол, $CH_3CH\,(OH)CH_2CH_2CH_3$	813,5
Пентан-3-ол, $CH_3CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	824,6
2-Метилбутан-ол, $C_2H_5CH(CH_3)CH_2OH$	823,5
3-Метилбутан-1-ол, $CH_3CH(CH_3)C_2H_4OH$	816,3
2-Метилбутан-2-ол, $(CHз)_2C(OH)CH_2CH_3$	813,9
3-Метилбутан-2-ол, $CH_3C(CH_3)CH(OH)CH_3$	822,8
Гексан-1-ол, $CH_3(CH_2)_5\,OH$	822,5
Гексан-2-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(OH)CH_3$	818,2
Гексан-3-ол, $CH_3CH_2CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	822,7
2-Метилпентан-1-ол, $CH_3CH_2CH_2CH(CH_3)CH_2OH$	827,9
3-Метилпентан-1-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)\,CH_2CH_2OH$	826,1
4-Метилпентан-1-ол, $CH_3CH(CH_3)\,CH_2CH_2CH_2OH$	816,6
2-Метилпентан-2-ол, $CH_3\,C(CH_3)C(OH)(CH_2)_3CH_3$	817,7
3-Метилпентан-2-ол, $CH_3CH(OH)CH(CH_3)\,CH_2CH_3$	833,3
4-Метилпентан-2-ол, $CH_3CH(OH)(CH)\,(CH_3)_2$	811,3
2-Метилпентан-3-ол, $(CH_3)_2CHCH(OH)CH_2CH_3$	829,0
3-Метилпентан-3-ол, $CH_3CH_2C(CH_3)(OH)CH_2CH_3$	828,9
2-Этилбутан-1-ол, $CH_3CH_2CH(CH_2CH_3)CH_2OH$	837,4
2,2-Диметилбутан-1-ол, $CH_3CH_2C(CH_3)_2CH_2OH$	832,9
2,3-Диметилбутан-2-ол, $CH(CH_3)_2C(CH_3)_2OH$	826,9
3,3-Диметилбутан-2-ол, $C(CH_3)_3CH(OH)CH_3$	823,1

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Гептан-1-ол, $CH_3(CH_2)_6OH$	825,9
Гептан-2-ол, $CH_3(CH_2)_4CH(OH)CH_3$	821,7
Гептан-3-ол, $CH_3(CH_2)_3CH(OH)\ CH_2CH_3$	825,2
Гептан-4-ол, $CH_3\ CH_2CH_2CH(OH)\ CH_2CH_2CH_3$	822,8
2-Метилгексан-2-ол, $CH_3C(OH)\ CH_3[CH_2]\ CH_3$	818,3
2-Метилгексан-3-ол, $(CH_3)_2CHCH(OH)CH_2CH_2CH_3$	827,9
3-Метилгексан-3-ол, $CH_3CH_2C(CH_3)(OH)CH_2CH_2\ CH_3$	828,9
3-Этилпентан-3-ол, $(CH_3CH_2)_3COH$	848,2
2,4-Диметилпентан-3-ол, $(CH_3)_2CHCHOH(CH_3)_2$	835,1
Октан-1-ол, $CH_3[CH_2]_7\ OH$	828,8
Октан-2-ол, $CH_3[CH_2]_5CHOH\ CH_3$	824,0
Октан-3-ол, $CH_3\ [CH_2]_4CHOHCH_2\ CH_3$	824,5
Октан-4-ол, $CH_3[CH_2]_3CHOHCH_2CH_2CH_3$	823,5
2-Метилгептан-1-ол, $CH_3[CH_2]_4CH(CH_3)CH_2OH$	805,7
3-Метилгептан-1-ол, $CH_3[CH_2]_3CH(CH_3)CH_2CH_2OH$	791,8
4-Метилгептан-1-ол, $CH_3CH_2CH_2CH(CH_3)[CH_2]_2CH_2OH$	813,7
5-Метилгептан-1-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)[CH_2]_3CH_2OH$	822,3
6-Метилгептан-1-ол, $CH_3CH(CH_3)[CH_2]_4CH_2OH$	824,4
2-Метилгептан-2-ол, $CH_3\ [CH_2]_4C(CH_3)(OH)\ CH_3$	811,0
3-Метилгептан-2-ол, $CH_3[CH_2]_3CH(CH_3)CH(OH)\ CH_3$	793,8
4-Метилгептан-2-ол, $CH_3[CH_2]_2CH(CH_3)CH_2\ CH(OH)CH_3$	806,2
5-Метилгептан-2-ол, $CH_3\ CH_2CH(CH_3)CH_2CH_2CH(OH)\ CH_3$	817,0
6-Метилгептан-2-ол, $(CH_3)_2CH[CH_2]_3CH(OH)CH_3$	810,7
2-Метилгептан-3-ол, $CH_3[CH_2]_3CH(OH)CH(CH_3)_2$	828,6
3-Метилгептан-3-ол, $CH_3\ [CH_2]_3C(OH)(CH_3)CH_2CH_3$	833,3
4-Метилгептан-3-ол, $CH_3\ [CH_2]_2CH(CH_3)CH(OH)CH_2CH_3$	803,1
5-Метилгептан-3-ол, $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2CH(OH)CH_2CH_3$	822,0
6-Метилгептан-3-ол, $(CH_3)_2CH\ [CH_2]_2\ CH(OH)CH_2CH_3$	784,9
2-Метилгептан-4-ол, $(CH_3)_2\ CH\ CH_2\ CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	817,2
3-Метилгептан-4-ол, $CH_3\ CH_2CH(CH_3)CH(OH)CH_2CH_2CH_3$	841,2
4-Метилгептан-4-ол, $CH_3[CH_2]C(OH)(CH_3)CH_2CH_2CH_3$	828,0
2-Этилгептан-1-ол, $CH_3[CH_2]_3CH(CH_2CH_3)CH_2OH$	835,3
3-Этилгексан-3-ол, $CH_3[CH_2]_2C(OH)(CH_2\ CH_3)CH_2CH_3$	841,7
Нонан-1-ол, $CH_3[CH_2]_8OH$	831,7

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Нонан-2-ол, $CH_3[CH_2]_6CH(OH)CH_3$	826,7
Нонан-3-ол, $CH_3[CH_2]_5CH(OH)CH_2CH_3$	830,2
2-Метилоктан-2-ол, $CH_3[CH_2]_5C(OH)(CH_3)_2$	821,5
2-Метилоктан-3-ол, $CH_3[CH_2]_4CH(OH)CH(CH_3)_2$	833,0
3-Метилоктан-3-ол, $CH_3[CH_2]_4C(OH)(CH_3)CH_2CH_3$	836,7
4-Метилоктан-4-ол, $CH_3[CH_2]_3C(OH)(CH_3)[CH_2]_2CH_3$	832,3
Декан-2-ол, $CH_3[CH_2]_7CH(OH)CH_3$	829,0
Декан-3-ол, $CH_3[CH_2]_6CH(OH)CH_2CH_3$	831,0
Декан-4-ол, $CH_3[CH_2]_5CH(OH)[CH_2]_2CH_3$	828,7
Декан-5-ол, $CH_3(CH_2)_4CH(OH)[CH_2]_3CH_3$	828,8
2-Метилнонан-1-ол, $CH_3[CH_2]_6CH(CH_3)CH_2OH$	839,2
2-Метилнонан-3-ол, $CH_3[CH_2]_5CH(OH)CH(CH_3)_2$	832,0
трет-Бутилметиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_3$	745,3
Метил-*трет*-пентиловый эфир, $(CH_3)_2C(OCH_3)CH_2CH_3$	775,2
трет-Бутилэтиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH_3$	745,6
Этил-*трет*-пентиловый эфир, $(CH_3)_2C(OHCH_2CH_3)CH_2CH_3$	774,9
Метилпропиловый эфир, $CH_3OCH_2CH_2CH_3$	730,2
Изопропилметиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH_3$	720,5
Диэтиловый эфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_3$	719,2
Бутилметиловый эфир, $CH_3O[CH_2]_3CH_3$	749,2
Изобутилметиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_3$	737,5
Бутил-2-метиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)OCH_3$	746,7
Этилпропиловый эфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_2CH_3$	741,2
Этилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH_2CH_3$	728,1
Метилпентиловый эфир, $CH_3O[CH_2]_4CH_3$	764,2
Метил-*трет*-пентиловый эфир, $CH_3CH_2(CH_3)_2CO\ CH_3$	758,4
Бутилэтиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3OCH_2CH_3$	754,3
Этилизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH_3$	744,2
втор-Бутилэтиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)COCH_2CH_3$	748,2
Дипропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2OCH_2CH_2CH_3$	751,6
Изопропилпропиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH_2CH_2CH_3$	742,5
Диизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHOCH(CH_3)_2$	729,2
Гексилметиловый эфир, $CH_3O[CH_2]_5CH_3$	774,9
Этилпентиловый эфир, $CH_3\ CH_2O[CH_2]_4CH_3$	765,9

Продолжение таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
Этилизопентиловый эфир, $CH_3CH_2OCH_2CH_2CH(CH_3)_2$	761,3
Бутилпропиловый эфир, $CH_3[CH_2]_2O(CH_2)_3CH_3$	763,3
Изобутилпропиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH_2CH_3$	753,3
втор-Бутилпропиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH_2CH_2CH_3$	759,4
трет-Бутилпропиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH_2CH_3$	758,2
Бутилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_3CH_3$	755,4
Изобутилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH(CH_3)_2$	744,6
втор-Бутилизопропиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOCH(CH_3)_2$	749,0
трет-Бутилизопропиловый эфир, $(CH_3)_3COCH(CH_3)_2$	746,0
Гептилметиловый эфир, $CH_3O[CH_2]_6CH_3$	783,8
Этилгексиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2[CH_2]_4CH_3$	777,7
Пентилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_4CH_3$	774,0
Изопентилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	768,7
Изопропилпентиловый эфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_4CH_3$	768,1
Изопентилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	763,4
Дибутиловый эфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_3CH_3$	772,5
Бутилизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_3CH_3$	764,0
Бутил-*втор*-бутиловый эфир, $(CH_3)(CH_2CH_3)$ $CHO[CH_2]_3CH_3$	769,6
Бутил-*трет*-бутиловый эфир, $(CH_2)_3CO[CH_2]_3CH_3$	767,2
Диизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2OCH_2CH(CH_3)_2$	754,1
втор-Бутилизобутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)$ $CHOCH_2CH(CH_3)_2$	759,8
трет-Бутилизобутиловый эфир, $(CH_3)_3COCH_2CH(CH_3)_2$	757,4
Ди-*втор*-бутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)$ $CHOCH(CH_2CH_3)CH_3$	767,5
Ди-*трет*-бутиловый эфир, $(CH_3)_3COC(CH_3)_3$	766,2
втор-Бутил-*трет*-бутиловый эфир, $(CH_3)(CH_3CH_2)CHOC(CH_3)_3$	766,9
Метилоктиловый эфир, $CH_3O[CH_2]_7CH_3$	790,9
Этилгексиловый эфир, $CH_3CH_2O(CH_2)_5CH_3$	783,8
Гексилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_5CH_3$	781,3
Гексилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_5CH_3$	775,9
Бутилпентиловый эфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_4CH_3$	780,4
Бутил-2-метилбутиловый эфир, (CH_3) $(CH_3CH_2)CHCH_2OCH_2CH_2CH_2CH_3$	775,8
Изобутилпентиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_4CH_3$	774,0
Изобутилизопентиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	787,7
втор-Бутилпентиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	777,2

Окончание таблицы А.1

Соединение	Плотность при 15 °С, кг/м^3
втор-Бутилизопентиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)\ O[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	772,9
трет-Бутилпентиловый эфир, $(CH_3)_3CO[CH_2]_4CH_3$	775,1
трет-Бутилизопентиловый эфир, $(CH_3)CO[CH_2]_2CH(CH_3)_2$	770,5
Метилнониловый эфир, $CH_3O[CH_2]_8CH_3$	796,6
Этилнониловый эфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_8CH_3$	790,2
Гептилпропиловый эфир, $CH_3[CH_2]_2O[CH_2]_6CH_3$	787,8
Гептилизопропиловый эфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_6CH_3$	781,7
Бутилгексиловый эфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_5CH_3$	787,0
Гексилизобутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2O[CH_2]_5CH_3$	779,3
втор-Бутилгексиловый эфир, $CH_3CH_2CH(CH_3)O[CH_2]_5CH_3$	783,9
Дипентиловый эфир, $CH_3[CH_2]_4O[CH_2]_4CH_3$	787,0
2-Метилбутилпентиловый эфир, $(CH_3)\ (CH_3CH_2)CHCH_2O(CH_2)_4CH_3$	783,1
Изопентил-2-метилбутиловый эфир, $(CH_3)_2CHCH_2CH_2OCH_2CH\ (CH_3)CH_2CH_3$	779,4
Децилметиловый эфир, $CH_3O[CH_2]_9CH_3$	801,5
Этилнониловый эфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_8CH_3$	795,6
Октилпропиловый эфир, $CH_3CH_2CH_2O[CH_2]_7CH_3$	793,9
Изопропилоктиловый эфир, $(CH_3)_2CHO[CH_2]_7CH_3$	787,9
Бутилгептиловый эфир, $CH_3(CH_2)_3O[CH_2]_6CH_3$	792,8
Гексилпентиловый эфир, $CH_3[CH_2]_4O[CH_2]_5CH_3$	792,3
Децилэтиловый эфир, $CH_3CH_2O[CH_2]_9CH_3$	800,2
Нонилпропиловый эфир, $CH_3[CH_2]_2O[CH_2]_8CH_3$	798,6
Бутилоктиловый эфир, $CH_3[CH_2]_3O[CH_2]_7CH_3$	797,5
Гептилпентиловый эфир, $CH_3[CH_2]_4O[CH_2]_6CH_3$	797,4
Дигексиловый эфир, $CH_3[CH_2]_5O[CH_2]_5CH_3$	800,0
Ацетон, $(CH_3)_2CO$	795,8
Бутанон, $CH_3CH_2COCH_3$	810,0

Приложение В
(справочное)

Руководство по технике использования селективного детектирования кислорода (O-FID)

В.1 Введение

В настоящем методе газовый хроматограф оснащается пиролизером, гидрогенизатором и пламенно-ионизационным детектором. Настоящий метод позволяет определять содержание в бензине органических кислородсодержащих соединений и общее содержание кислорода.

Используя настоящий метод при оценке общего содержания кислорода (то есть органически связанного кислорода), нет необходимости определять местоположение пиков, соответствующих конкретным соединениям. Это позволяет упростить выполняемую процедуру. Считая, что площадь пика соответствующего внутреннего стандарта представляет заданное содержание кислорода, общее содержание кислорода может быть рассчитано из площади этого пика и суммы площадей всех остальных пиков, за исключением пиков, соответствующих воде и кислороду.

В.2 Реактор-пиролизер

Реактор-пиролизер, подключенный непосредственно после разделительной хроматографической капиллярной колонки, содержит нагреваемую платиново-родиевую капиллярную трубку, температуру которой контролируют в соответствии с рекомендациями, содержащимися в инструкциях изготовителя оборудования.

В этих условиях, когда органическое кислородсодержащее соединение, извлеченное с использованием капиллярной колонки, поступает в реактор, любой атом кислорода образует молекулу монооксида углерода CO в соответствии с реакцией

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

В.3 Реактор-гидрогенизатор

В гидрогенизаторе в присутствии катализатора монооксид углерода, образовавшийся в пиролизере, превращается в метан в соответствии с реакцией

$$CO + 3H_2 \xrightarrow{350\ ^\circ C} CH_4 + H_2O.$$

В.4 Пламенно-ионизационный детектор

Количество метана (CH_4), образовавшегося в гидрогенизаторе, количественно измеряют с помощью пламенно-ионизационного детектора (FID)

В.5 Общие рабочие параметры аппаратуры, используемой при селективном детектировании кислорода

Установлено, что представленные далее параметры аппаратуры являются подходящими для настоящего метода. Если используют аналогичную аппаратуру, хорошие результаты могут достигаться при работе этой аппаратуры в условиях, которые незначительно отличаются от указанных далее. В начале выполнения анализа условия работы должны быть оптимизированы в соответствии с инструкциями изготовителя аппаратуры.

Оборудование:	Газовый хроматограф, оснащенный селективным в отношении кислорода детектором (O-FID)
Гидрогенизатор:	350 °C
Пиролизер:	1200 °C
Блок ввода пробы:	200 °C
Термостат:	30 °C—100 °C, со скоростью 8 °C/мин
Колонка:	Капиллярная колонка 50 м × 0,32 мм (внутренний диаметр) с фазой из полиметилсилоксана или полиэтиленгликопя, имеющей поперечные межмолекулярные связи при толщине пленки 0,5 мкм
Газ-носитель:	Азот
Разделение:	1 : 70
Количество вводимой пробы:	0,6 мкл

В.6 Типичные хроматограммы, полученные при использовании универсального (FID) и селективного в отношении кислорода (O-FID) детекторов

На рисунке В.1 в качестве иллюстрации показано типичное разделение всех углеводородных соединений при использовании универсального пламенно-ионизационного детектора (FID). На рисунке В.2 представлена типичная газовая хроматограмма бензина, отражающая определение содержания органических кислородсодержащих соединений в углеводородном сырье (в углеводородной матрице) при использовании селективного в отношении кислорода пламенно-ионизационного детектора (O-FID).

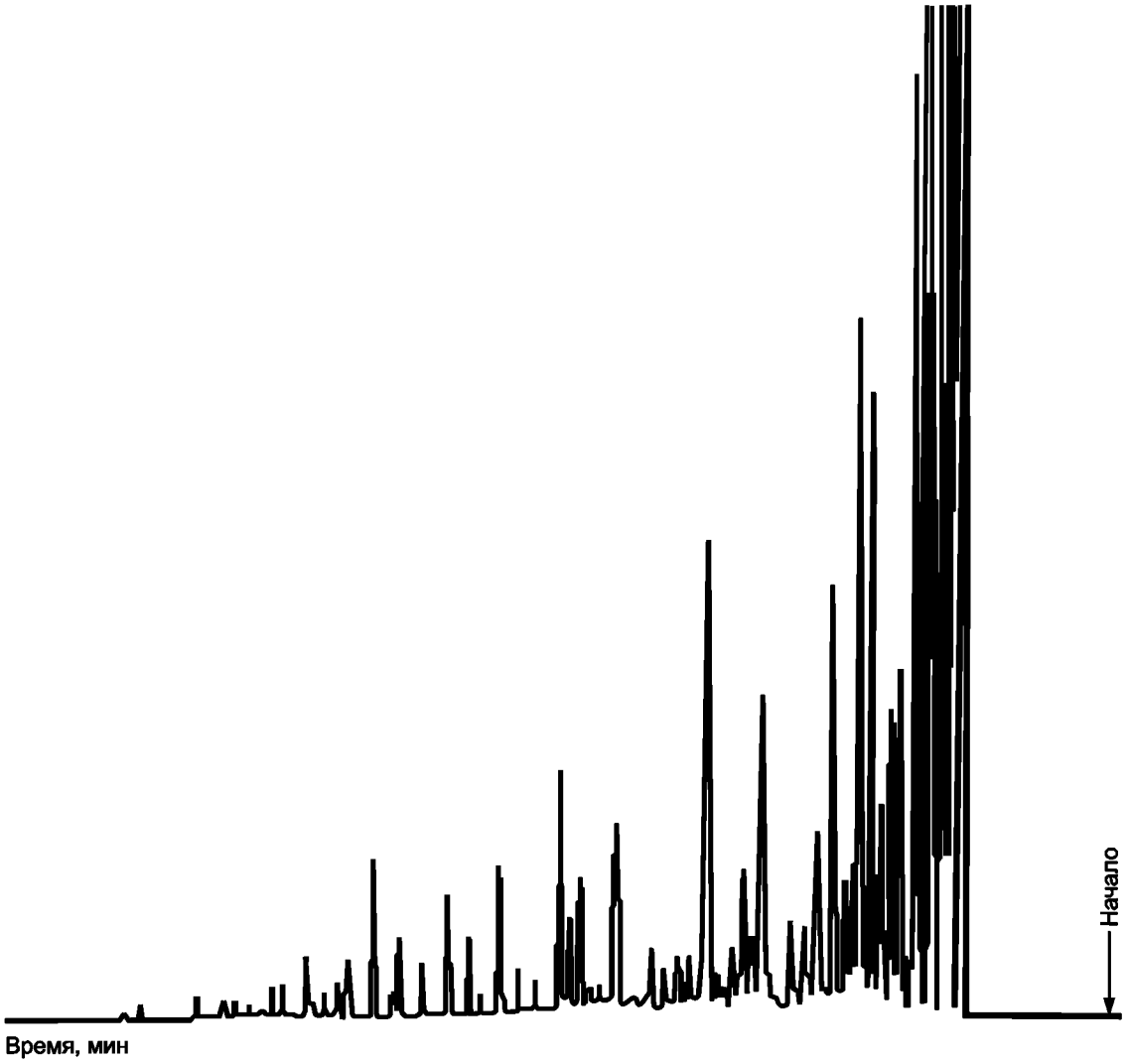
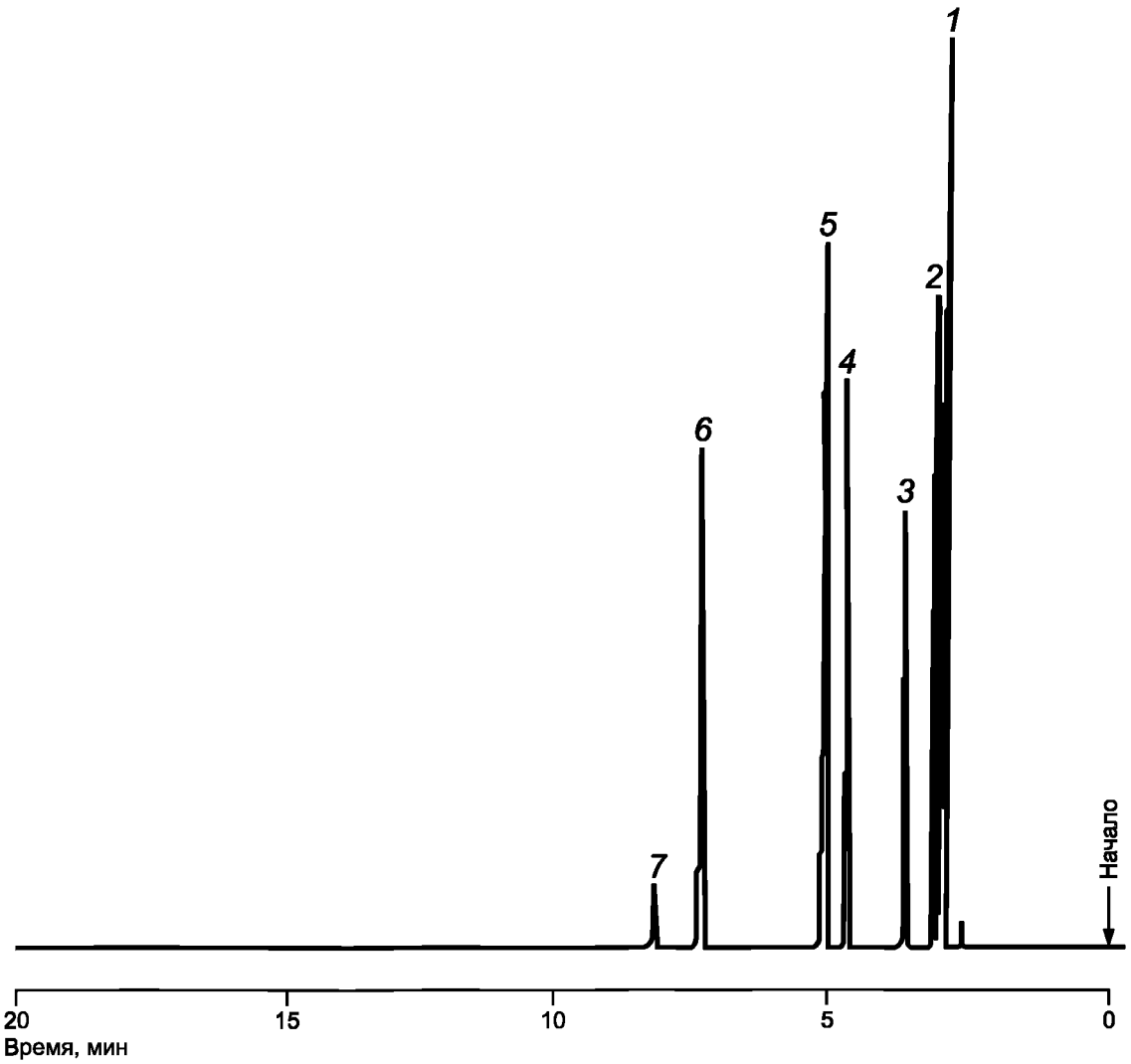


Рисунок В.1 — Типичная FID-хроматограмма бензина



Идентификация пиков: *1* — *трет*-бутилметиловый эфир; *2* — *трет*-бутилизопропиловый эфир; *3* — внутренний стандарт; *4* — 2-метилпропан-2-ол; *5* — пропан-2-ол; *6* — бутан-2-ол; *7* — вода

Колонка: DB WAX, 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр); толщина пленки — 0,5 мкм.

Температура колонки: от 45 °С (5 мин) до 150 °С со скоростью 8 °С/мин.

Рисунок В.2 — Типичная хроматограмма бензина, пять органических кислородсодержащих соединений которого были определены с использованием селективного в отношении кислорода пламенно-ионизационного детектора (O-FID)

Библиография

[1] EN ISO 3675 Crude petroleum and liquid petroleum products — Laboratory determination of density or relative density — Hydrometer method
(Сырая нефть и жидкие нефтепродукты. Лабораторное определение плотности или относительной плотности. Метод с использованием ареометра)

[2] EN ISO 3838 Crude petroleum and liquid or solid petroleum products — Determination of density or relative density — Capillary-stoppered pyknometer and graduated bicapillary pyknometer methods
(Сырая нефть и жидкие или твердые нефтепродукты. Определение плотности или относительной плотности. Методы с использованием пикнометра с капилляром и градуированного бикапиллярного пикнометра)

[3] EN ISO 12185 Crude petroleum and petroleum products — Determination of density — Oscilating U-tube method
(Сырая нефть и нефтепродукты. Определение плотности. Метод осцилляции U-образной трубки)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN ISO 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	NEQ	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
EN ISO 3171 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода	NEQ	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 662.753.1:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, жидкие топлива, неэтилированный бензин, химический анализ, определение содержания, органические кислородсодержащие соединения, кислород, газовая хроматография

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Нахимова*
Компьютерная верстка *О.Д. Черепковой*

Сдано в набор 29.11.2013. Подписано в печать 16.12.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,97. Тираж 75 экз. Зак. 1485.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru