ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54268— 2010

ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ И НЕФТЯНЫЕ ДИСТИЛЛЯТЫ

Определение типов ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием по коэффициенту рефракции

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», 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 Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2010 г. № 1098-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 6379—04 «Стандартный метод определения типов ароматических углеводородов в авиационных топливах и нефтяных дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием по коэффициенту рефракции» (ASTM D 6379—04 «Standard test method for determination of aromatic hydrocarbon types in aviation fuels and petroleum distillates — High performance liquid chromatography method with refractive index detection»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2012

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 2
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Значение и применение 3
6 Аппаратура 3
7 Реактивы 4
8 Отбор проб 5
9 Подготовка аппаратуры 5
10 Проведение испытания 6
11 Обработка результатов 7
12 Протокол испытания 8
13 Прецизионность и отклонение 8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ И НЕФТЯНЫЕ ДИСТИЛЛЯТЫ

Определение типов ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием по коэффициенту рефракции

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

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

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

Примечание — Образцы с конечной температурой кипения выше 300 °С, которые содержат трициклические ароматические и высшие полициклические ароматические соединения, не подлежат испытанию настоящим методом и должны анализироваться методом АСТМ Д 6591 или другим подходящим эквивалентным методом.

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 керосиновых 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 сопряженные ди- и полиалкены, при наличии, могут искажать результаты.

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

[1)] Этот метод находится под юрисдикцией комитета АСТМ Д02 «Нефтепродукты и смазочные материалы» и под контролем подкомитета Д02.04 «Анализ углеводорода».

Решение о последнем издании стандарта было принято 1 мая 2004 г. и опубликовано в июне 2004 г. Первоначально стандарт был утвержден в 1999 г. Предыдущее издание было утверждено в 1999 г. как АСТМ Д 6379—99.

В IP этот метод находится под юрисдикцией Комитета по стандартизации.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты[2), 3)]:

АСТМ Д 4052 Метод определения плотности и относительной плотности жидкостей цифровым плотномером (ASTM D 4052, Test method for density and relative density of liquids by digital density meter)

АСТМ Д 4057 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products)

АСТМ Д 4177 Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products)

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

IP 436 Определение типов ароматических углеводородов в авиационных топливах и нефтяных дистиллятах. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектором по коэффициенту рефракции (IP 436, Test method for determination of aromatic hydrocarbon types in aviation fuels and petroleum distillates — High performance liquid chromatography method with refractive index)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **диароматические углеводороды** (di-aromatic hydrocarbons, DAH): Соединения, имеющие большие значения времени удерживания на специфичной полярной колонке в сравнении с моноароматическими углеводородами.

3.1.2 **моноароматические углеводороды** (mono-aromatic hydrocarbons, MAH): Соединения, имеющие большие значения времени удерживания на специфичной полярной хроматографической колонке в сравнении с неароматическими углеводородами, но меньшими значениями времени удерживания в сравнении с диароматическими углеводородами.

3.1.3 **неароматические углеводороды** (non-aromatic hydrocarbons): Соединения, имеющие меньшие значения времени удерживания на специфичной полярной колонке в сравнении с моноароматическими углеводородами.

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

Примечание — Характеристики элюирования ароматических и неароматических соединений на специфической для метода полярной хроматографической колонке не устанавливались для настоящего метода. 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 в подвижной фазе в соотношении 1:1, например в гептане, и фиксированный объем указанного раствора вводят в высокоэффективный жидкостный хроматограф, оснащенный полярной колонкой. Данная колонка имеет низкое сродство к неароматическим углеводородам и в то же время характеризуется ярко выраженной селективностью к ароматическим углеводородам. В результате такой селективности ароматические углеводороды отделяют от неароматических и разделяют на несколько отчетливых групп согласно структуре колец, т. е. MAH и DAH.

[2)] Для датированных ссылок используют только указанное издание стандарта. В случае недатированных ссылок — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

Информацию по указанным АСТМ-файлам можно получить на сайте АСТМ gost.e-ecolog.ru сервисной службе gost.e-ecolog.ru формацию по ежегодникам АСТМ можно найти на сайте АСТМ в разделе Document Summary.

[3)] Стандарт IP 436 следует запрашивать в Энергетическом институте (IP), 61 New Cavendish Street, London WIG 7AR, UK.

4.2 Колонка соединена с детектором по коэффициенту рефракции, который определяет компоненты по мере их элюирования из колонки. Электронный сигнал от детектора постоянно контролируется процессором. Амплитуды сигналов (площади пиков) от ароматических соединений образца сравнивают с сигналами, ранее полученными для калибровочных стандартов, и таким образом рассчитывают массовые проценты МАН и DAH в образце. Сумму МАН и DAH принимают как общее содержание ароматических соединений в образце (% масс.).

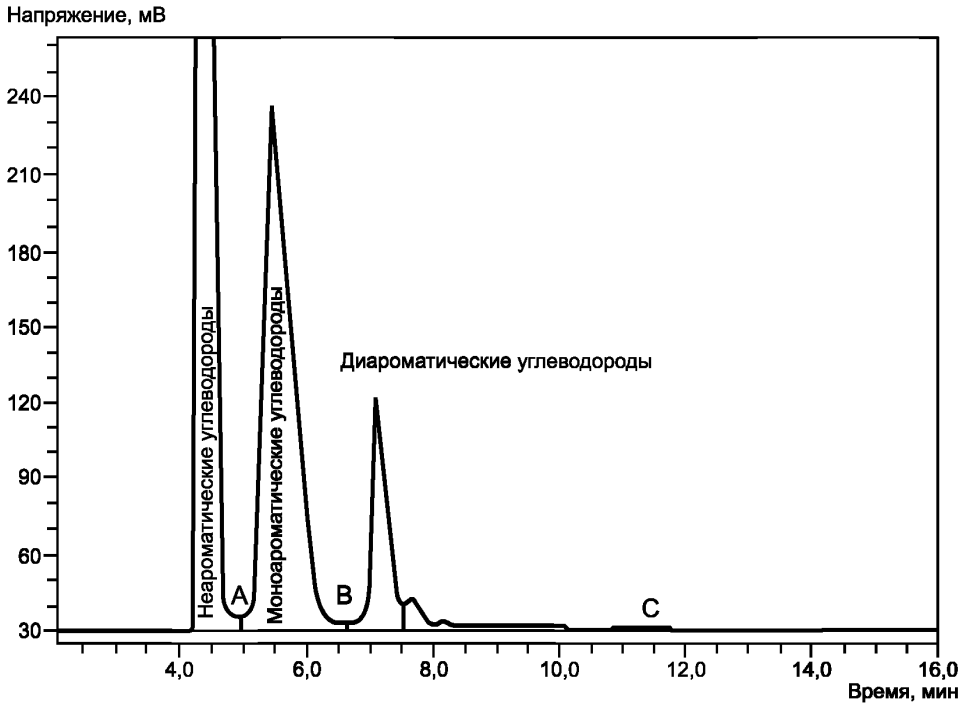
5 Значение и применение

5.1 Точные сведения о количестве ароматических углеводородов по их типам могут быть использованы для установления эффективности процессов нефтепереработки при получении товарных топлив. Эти же сведения могут быть использованы для установления качества топлива и для оценки относительных характеристик горючести товарных топлив.

6 Аппаратура

6.1 Высокоэффективный жидкостный хроматограф (ВЭЖХ)

Любой ВЭЖХ, обеспечивающий подачу подвижной фазы со скоростью от 0,5 до 1,5 $см^3$/мин, обладающий прецизионностью выше, чем 0,5 % и пульсациями менее 1 % полной шкалы регистрации при условиях испытаний, представленных в разделе 9 (рисунок 1).



A — начало интегрирования МАН; B — конец интегрирования МАН/начало интегрирования DAH;
C — конец интегрирования DAH

Рисунок 1 — Хроматограмма образца авиационного топлива, показывающая точки интегрирования и группы типичных ароматических углеводородов

6.2 Система ввода образца для ввода 10 мкл (номинал) раствора образца с повторяемостью более 2 %.

6.2.1 В колонку должны вводить одинаковые и постоянные объемы калибровочного и исследуемого растворов.

Как ручные, так и автоматические системы ввода образцов (использующие полное или частичное заполнение петли) при условии правильного применения должны отвечать требованиям повторяемости, приведенным в 6.2. При использовании частичного заполнения петли рекомендуется, чтобы вводимый объем был меньше половины общего объема петли. В режиме полного заполнения петли лучшие результаты получают при промывании петли не менее чем ее шестикратным объемом.

6.2.2 Объемы вводимого образца, отличные от 10 мкл (обычно от 3 до 20 мкл), могут быть использованы при условии, что выполняются требования, установленные по повторяемости ввода (6.2), чувствительности детектора по коэффициенту рефракции и линейности (9.4 и 10.1) и разрешению колонки (9.4).

6.3 Фильтр для образца (произвольный)

Микрофильтр пористостью 0,45 мкм или менее, химически инертный к действию углеводородных растворителей, рекомендуется для удаления из растворов образцов вещества в виде частиц.

6.4 Хроматографическая колонка

Пригодна любая колонка для ВЭЖХ из нержавеющей стали, заполненная неподвижной фазой — силикагелем с привитой аминогруппой (или полярной амино/цианогруппой)[4], если она обеспечивает выполнение требований эффективности по 9.4.3. Установлено, что колонки длиной от 150 до 300 мм, внутренним диаметром от 4 до 5 мм и наполненные неподвижной фазой с частицами размером 3 или 5 мкм удовлетворяют этим требованиям. Рекомендуется, но не обязательно, использовать предколонку (например, 30 мм длиной и внутренним диаметром 4,6 мм), заполненную силикагелем или силикагелем с привитой аминогруппой

6.5 Термостат колонки для ВЭЖХ

Любой пригодный термостат колонки для ВЭЖХ (с блоком нагрева или циркуляцией воздуха), способный поддерживать постоянную температуру ± 1 °С в диапазоне от 20 °С до 40 °С.

Примечания

1 Детектор по коэффициенту рефракции чувствителен как к резким, так и к постепенным изменениям температуры подвижной фазы. Необходимо принять все возможные меры для поддержания постоянной температуры в жидкостном хроматографе.

2 Допускаются и другие формы температурного контроля, например термостатирование помещения лабораторий.

6.6 Детектор по коэффициенту рефракции

Любой детектор, имеющий рабочий диапазон коэффициента рефракции от 1,3 до 1,6, отвечающий требованиям чувствительности по 9.4.2, дающий линейный отклик во всем интервале калибровки, при этом выходной сигнал должен согласовываться с системой сбора данных. Если детектор имеет независимый термостат, рекомендуется устанавливать его температуру равной температуре колонки.

6.7 Компьютер или интегратор

Можно использовать любую систему сбора данных, если она совместима с детектором по коэффициенту рефракции, имеет минимальную частоту сбора информации 1 Гц и способна определять площадь пиков и время удерживания. Система сбора данных должна также иметь минимум приспособлений для последующей обработки данных, такой как корректировка базовой линии и повторное интегрирование. Рекомендуется, но не обязательна способность выполнять автоматическое детектирование и идентификацию пиков, а также расчет концентраций компонентов, исходя из измеренных площадей пиков.

6.8 Мерные колбы класса В или более высокого класса вместимостью 10 и 100 $см^3$.

6.9 Весы аналитические с точностью взвешивания до ± 0,0001 г.

7 Реактивы

7.1 Циклогексан чистотой не менее 99 %.

Примечание — Циклогексан может содержать бензол в качестве примеси.

7.2 Гептан квалификации для ВЭЖХ в качестве подвижной фазы.

---

[4] Приемлемые результаты дают неподвижные фазы Spherisorb $3NH_2$, Spherisorb $5NH_2$, Partisil 5 PAC и Partisphere 5 PAC.

Предупреждение — Углеводородные растворители обладают повышенной пожароопасностью, могут вызывать раздражение при вдыхании, прямом попадании внутрь или контакте с кожей.

Примечание — Исходя из практики, рекомендуется дегазировать подвижную фазу ВЭЖХ перед использованием.

7.3 1-Метилнафталин чистотой не менее 98 %.

Предупреждение — При работе с ароматическими соединениями необходимо надевать перчатки (например, одноразовые виниловые).

Примечание — Чистоту 1-метилнафталина определяют газовой хроматографией с пламенно-ионизационным детектором. Должны быть использованы стандартные вещества максимально возможной чистотой. Образцы чистотой более 98 % можно приобрести у всех основных поставщиков.

7.4 *о*-Ксилол (1,2-диметилбензол) чистотой не менее 98 %.

8 Отбор проб

8.1 Лабораторная проба топлива, из которой отбирают образец для настоящего метода испытания, должна представлять всю партию груза. Лабораторная проба должна быть отобрана в соответствии с практическими руководствами по АСТМ Д 4057, АСТМ Д 4177 или подобными стандартами.

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Устанавливают хроматограф, систему ввода образца, хроматографическую колонку, термостат колонки, детектор по коэффициенту рефракции и интегратор в соответствии с инструкциями на оборудование. Устанавливают в термостат колонку для ВЭЖХ.

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

9.2 Регулируют скорость потока подвижной фазы до постоянного значения (1,0 ± 0,2) $см^3$/мин и убеждаются, что ячейка сравнения детектора по коэффициенту рефракции заполнена подвижной фазой (6.6.1). Дают стабилизироваться термостату колонки (и термостату детектора, при наличии).

9.2.1 Для уменьшения инструментального дрейфа важно убедиться, что ячейка сравнения детектора заполнена подвижной фазой. Наилучший способ заполнения:

1) пропускают подвижную фазу через ячейку сравнения (с последующей изоляцией ячейки сравнения, чтобы исключить испарение) непосредственно перед испытанием;

2) компенсируют испарение, пропуская постоянный поток подвижной фазы через ячейку сравнения. Поток должен быть оптимизирован таким образом, чтобы дисбаланс между аналитической ячейкой и ячейкой сравнения, возникающий из-за высыхания и градиентов температуры или давления, был минимальным. Обычно это достигается, когда поток подвижной фазы через ячейку сравнения составляет одну десятую от потока через аналитическую ячейку.

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

9.3 Готовят стандарт для проверки разрешения системы (SRS), взвешивая циклогексан (1,0 ± 0,1) г, *о*-ксилол (0,5 ± 0,05) г и 1-метилнафталин (0,05 ± 0,005) г в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и заполняя ее до метки гептаном.

Примечание — Приготовленный таким образом раствор SRS может храниться до одного года в плотно закрытой посуде в темном месте при температуре от 5 °С до 25 °С.

9.4 После стабилизации хроматографа, что подтверждается стабильной горизонтальной базовой линией, вводят в колонку 10 мкл стандарта SRS (9.3) и записывают хроматограмму, используя систему сбора данных.

Примечание — Дрейф базовой линии за период хроматографического анализа должен быть меньше, чем 0,5 % высоты пика циклогексана. Дрейф базовой линии более этого значения указывает на проблемы с поддержанием температуры колонки/детектора по коэффициенту рефракции или на вынос полярной фазы из колонки, или все факторы одновременно. Для достижения жидкостным хроматографом стабильного состояния может потребоваться время до 1 ч.

9.4.1 Убеждаются, что при разделении базовую линию достигают все три компонента SRS.

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

Примечание — Отношение сигнал/шум для 1-метилнафталина должно быть 3:1 или лучше.

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

9.4.3.1 Разрешение колонки

Рассчитывают разрешение для циклогексана и *о*-ксилола, используя следующую формулу

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

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

t_1 — время удерживания для пика циклогексана, с;

y_2 — ширина на полувысоте пика *о*-ксилола, с;

y_1 — ширина на полувысоте пика циклогексана, с.

Если разрешение менее пяти, то проверяют, все ли компоненты системы работают нормально, а мертвый объем хроматографа минимален. Регулируют расход жидкой фазы, если он снижает разрешение, убеждаются, что подвижная фаза соответствует требуемому качеству и регенерируют или заменяют колонку.

9.5 Повторяют процедуру по 9.4 и убеждаются, что полученные значения площадей пиков для *о*-ксилола и 1-метилнафталина соответствуют прецизионным характеристикам настоящего метода испытания.

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

10 Проведение испытания

10.1 Калибровка

10.1.1 Готовят четыре калибровочных стандарта (A, B, C и D) в соответствии с концентрациями, указанными в таблице 1, взвешивая с точностью 0,0001 г указанные материалы в мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая и доводя до метки гептаном.

Таблица 1 — Концентрации калибровочных стандартов

Наименование	Концентрация калибровочного стандарта, г/100 см^3			
	A	B	C	D
Циклогексан	5,0	2,0	0,5	0,1
о-Ксилол	15,0	5,0	1,0	0,1
1-Метилнафталин	5,0	1,0	0,2	0,05

Примечания

1 Концентрации, указанные в таблице 1, характерны для большинства нефтепродуктов, выкипающих в области, характерной для авиационных топлив и нефтяных дистиллятов. Могут быть использованы другие стандартные концентрации при условии, что они отвечают требованиям метода (таким как линейность, чувствительность детектора и разрешение колонки).

2 Хранят калибровочные растворы в плотно укупоренных емкостях (например, в мерных колбах вместимостью 100 см^3) в темном месте при температуре от 5 °С до 25 °С. В данных условиях растворы стабильны не менее 6 мес.

10.1.2 После стабилизации хроматографа (9.4) вводят в колонку 10 мкл калибровочного стандарта А. Записывают хроматограмму и измеряют площади пиков для каждого ароматического компонента. Убеждаются, что базовая линия достигается между всеми тремя компонентами.

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

10.1.4 Строят график зависимости концентрации (г/100 см^3) от площади пиков, рассчитанной для каждого ароматического компонента, т. е. *о*-ксилола и 1-метилнафталина. Калибровочный график должен быть линейным с коэффициентом корреляции более 0,999 и нулевым отклонением менее ± 0,01. Компьютер или система сбора данных могут быть использованы для обработки калибровки.

Примечания

1 Ежедневную калибровку необходимо проводить только для детектора по коэффициенту рефракции.

2 Для проверки стабильности системы рекомендуется после каждых 5 образцов анализировать образцовое авиационное топливо или нефтяной дистиллят, или один из 4 стандартов.

3 Для определения объемного содержания типов ароматических соединений (% об.) строят график зависимости концентрации (см^3/100 см^3) от площади пика вместо (% масс./% об.) (г/100 см^3 от площади пика). Разделив концентрации (% масс./% об.) *о*-ксилола и 1-метилнафталина на соответствующие плотности при 20 °С, получают объемные концентрации (% об.) (см^3/100 см^3). См. примечание к 10.2.1.1, перечисление 1) и примечание 2 к 11.1.

10.2 Анализ образцов

10.2.1 Образец массой от 4,9 до 5,1 г, взвешенный с точностью 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 10 см^3 и доводят гептаном до метки. Тщательно перемешивают встряхиванием. Выдерживают раствор 10 мин и, при необходимости, фильтруют по 6.3 для удаления нерастворимых продуктов.

10.2.1.1 Для образцов, в которых содержание одного или более типов ароматических углеводородов выходит за диапазон калибровки, готовят соответственно более концентрированный (например, 10 г/10 см^3) или более разбавленный (2 г/10 см^3) растворы образца.

Примечание — Для определения объемного содержания типов ароматических соединений (% об.) проводят разведение по объему:

1) аккуратно отмерив пипеткой 5 см^3 образца в мерную колбу вместимостью 10 см^3 и доведя до метки гептаном;

2) разделив массу образца на его плотность, установленную по методу АСТМ Д 4052, и получив таким образом объем образца. См. примечание 3 к 10.1.4 и примечание 2 к 11.1.

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

10.2.3 В соответствии с рисунком 1 разрабатывают подходящий способ поиска и идентификации МАН и DAH. Рисунок 1 дает типичную хроматограмму образца авиационного топлива.

10.2.4 Проводят базовую линию непосредственно от начала неароматического пика к точке на хроматограмме, где происходит стабилизация базовой линии с выходом ее на прямую после элюирования всех компонентов. Опускают вертикальные линии из впадины (седловины) до базовой линии в установленных точках (рисунок 1) и рассчитывают площади пиков для МАН и DAH.

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

11 Обработка результатов

11.1 Групповое содержание ароматических углеводородов (% масс.)

Рассчитывают содержание, % масс., для МАН и DAH по следующей формуле

$$\%\ \text{масс. для МАН и DAN} = \frac{[(AS) + I]V}{M}, \qquad (2)$$

где A — площадь пика МАН или DAH в образце;

S — наклон калибровочного графика для МАН или DAH (в координатах зависимости содержания (% масс./% об.) от площади пика);

I — отклонение содержания МАН или DAH, % масс./% об., при нулевом сигнале по калибровочному графику;

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

M — масса испытуемого образца, г (10.2.1).

Примечания

1 Данный расчет может быть выполнен напрямую системой сбора данных.

2 Для определения объемного содержания типов ароматических углеводородов (% об.) используют значения наклона и отклонения из калибровочного графика для объемных содержаний (примечание 3 к 10.1.4) и объем образца (примечание к 10.2.1.1) вместо значений S, I и M.

11.2 Общее содержание ароматических углеводородов

Рассчитывают общее содержание ароматических углеводородов в образце (% масс.) как сумму содержания индивидуальных типов углеводородов (т. е. МАН + DAH).

12 Протокол испытания

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

12.2 Протокол испытания должен включать:

12.2.1 Ссылку на настоящий стандарт.

12.2.2 Тип и идентификацию испытуемого продукта.

12.2.3 Результат испытания (раздел 11).

12.2.4 Любое отклонение от установленной стандартом процедуры, согласованное или несогласованное.

12.2.5 Дату проведения испытания.

13 Прецизионность и отклонение[5)]

13.1 Прецизионность

Для оценки приемлемости полученных результатов (95%-ная вероятность) должны быть использованы нижеследующие критерии.

13.1.1 Повторяемость

Расхождение между результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных условиях проведения испытаний на идентичном материале при продолжительном времени работы и при обычном и правильном выполнении метода испытания, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати:

	диапазон, % масс.	повторяемость
Диароматика	0,10—6,64	$0{,}337\ X^{0{,}333}$
Моноароматика	10,5—24,1	$0{,}129\ X^{0{,}667}$,

где X — среднее из сравниваемых результатов.

13.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на одном и том же материале при продолжительном времени работы и при обычном и правильном исполнении метода испытания, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати:

	диапазон, % масс.	воспроизводимость
Диароматика	0,10—6,64	$0{,}514\ X^{0{,}333}$
Моноароматика	10,5—24,1	$0{,}261\ X^{0{,}667}$,

где X — среднее из сравниваемых результатов.

13.1.3 Отклонение

Результаты данного метода определяются только в терминах настоящего метода и, следовательно, метод не имеет отклонения.

[5)] Фактические данные находятся в штаб-квартире АСТМ и могут быть получены при запросе исследовательского отчета RR: АСТМ Д 02-1446.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 4052	—	*
АСТМ Д 4057	MOD	ГОСТ Р 52659—2006 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
АСТМ Д 4177	—	*
АСТМ Д 6591	—	*
IP 436	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
MOD — модифицированные стандарты.

УДК 665.733:006.354 ОКС 75. 080 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: ароматические углеводороды, ароматика, авиационное топливо, высокоэффективная жидкостная хроматография, типы углеводородов, реактивное топливо, нефтяные дистилляты, детектор по коэффициенту рефракции, общее содержание ароматики в топливе

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03.02.2012. Подписано в печать 14.02.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 124 экз. Зак. 189.

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