ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52570— 2006

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ И АВИАЦИОННЫЕ

Определение бензола и толуола методом газовой хроматографии

ASTM D 3606—04a

Standard test method for determination of benzene and toluene in finished motor and aviation gasoline by gas chromatography

(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 сентября 2006 г. № 209-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 3606—04а «Стандартный метод определения бензола и толуола в товарном автомобильном и авиационном бензине с помощью газовой хроматографии» (ASTM D 3606—04a «Standard test method for determination of benzene and toluene in finished motor and aviation gasoline by gas chromatography»).

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 региональных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении А

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2007 г.

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, 2006
© Стандартинформ, 2007

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 Значение и использование 2
5 Аппаратура 2
6 Материалы 5
7 Отбор проб 6
8 Подготовка насадочного материала для колонок 6
9 Подготовка колонки 6
10 Схема аппарата и установка режима его работы 7
11 Калибровка и стандартизация 8
12 Испытание 10
13 Расчет 11
14 Прецизионность и смещение (отклонение) 11
Приложение А (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ И АВИАЦИОННЫЕ

Определение бензола и толуола методом газовой хроматографии

Motor and aviation gasolines.
Determination of benzene and toluene by method of gas chromatography

Дата введения — 2007—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения бензола и толуола в товарных автомобильных и авиационных бензинах с помощью газовой хроматографии.

1.2 Бензол определяют в диапазоне от 0,1 % до 5 % по объему, толуол — от 2 % до 20 % по объему.

1.3 Прецизионность настоящего метода определена для товарных бензинов, включая бензины, содержащие оксигенаты (простые эфиры, такие как метилтретбутиловый, этилтретбутиловый и третамилметиловый эфиры).

1.4 Настоящий метод не применим для бензинов, содержащих этанол и/или метанол, которые являются мешающими факторами.

1.5 Значения, установленные в единицах СИ, считаются стандартными. Значения, данные в скобках, представлены только для сведения.

1.6 Настоящий стандарт не устанавливает требований, связанных с безопасностью применения настоящего метода.

Необходимые требования по безопасности, охране здоровья и соответствующие ограничения устанавливает пользователь настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие региональные стандарты:

АСТМ Д 4057 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов

АСТМ Е 694 Спецификация на лабораторное стеклянное мерное оборудование

АСТМ Е 969 Спецификация на стеклянные мерные пипетки (для переноса образцов)

АСТМ Е 1044 Спецификация на стеклянные пипетки общего назначения

АСТМ Е 1293 Спецификация на стеклянные измерительные пипетки

3 Сущность метода

3.1 Внутренний стандарт — метилэтилкетон (МЭК) добавляют к образцу, который затем вводят в газовый хроматограф, снабженный двумя последовательно соединенными колонками.

Сначала образец проходит через колонку, содержащую насадку с неполярной фазой, такой как диметилполисилоксан (ДМПС) (8.1.1), которая разделяет компоненты в соответствии с температурой кипения. После элюирования октана включают режим обратной продувки неполярной колонки, вымывая компоненты тяжелее октана. Октан и более легкие компоненты проходят через колонку с насадкой с высокополярной фазой, такой как 1,2,3-трис(2-цианоэтокси)пропан (ТЦЭП) (8.1.2), которая разделяет ароматические и неароматические компоненты.

Издание официальное

Выделенные компоненты обнаруживают с помощью детектора по теплопроводности. Сигнал детектора регистрируют, измеряют площади пиков и рассчитывают концентрацию каждого компонента относительно внутреннего стандарта.

4 Значение и использование

4.1 Информация о концентрации бензола может быть полезна при оценке возможной опасности для здоровья персонала, работающего с бензином или использующего его, так как бензол относится к токсичным материалам. Настоящий метод испытания не предназначен для оценки такой опасности.

5 Аппаратура

5.1 Хроматограф

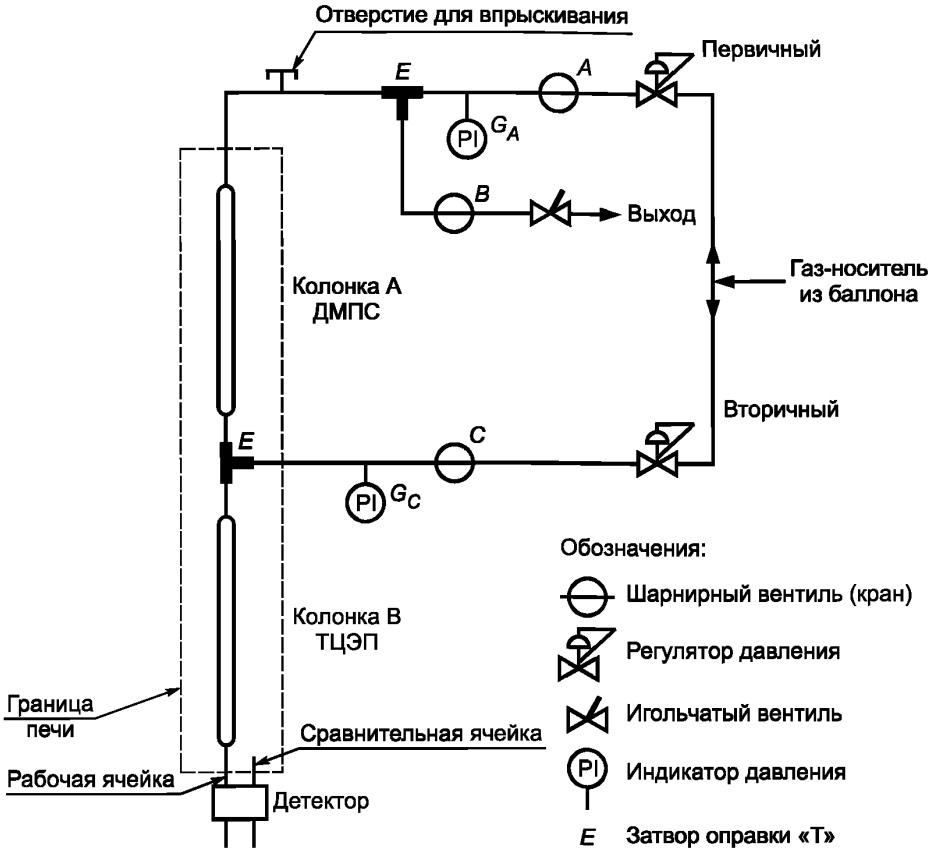
Можно использовать любой хроматограф, имеющий систему обратной продувки, детектор по теплопроводности и работающий при условиях, приведенных в таблице 1. Два способа обратной продувки показаны на рисунках 1 и 2: обратная продувка с изменением давления (рисунок 1) и обратная продувка с переключением клапанов (рисунок 2). Можно использовать любой из этих способов.

Таблица 1 — Условия работы хроматографа

Детектор	По теплопроводности
Колонки: длина, м внешний диаметр, мм неподвижная фаза	Две из нержавеющей стали А — 0,8 ; В — 4,6 3,2 А — ДМПС, 10 % по массе В — ТЦЭП, 20 % по массе
Носитель	А — хромосорб W, 60 — 80 меш В — хромосорб Р, 80 — 100 меш
Стандартная колонка	Допускается использовать любую колонку
Температура, °С: система ввода образца (инжектор) детектор колонка	 200 200 145
Газ-носитель: линейная скорость газа, см/с объемная скорость потока, $см^3$ /мин давление на входе в колонку, кПа (фунт/квадратный дюйм — psi)	Гелий 6 Приблизительно 30 Приблизительно 200 (30)
Диапазон самописца, мВ	0 —1
Скорость движения диаграммной бумаги, см/мин	1
Размер образца, мкл	2
Общее время цикла, мин	8
Переключение на обратную продувку, мин	Приблизительно 0,75[A]

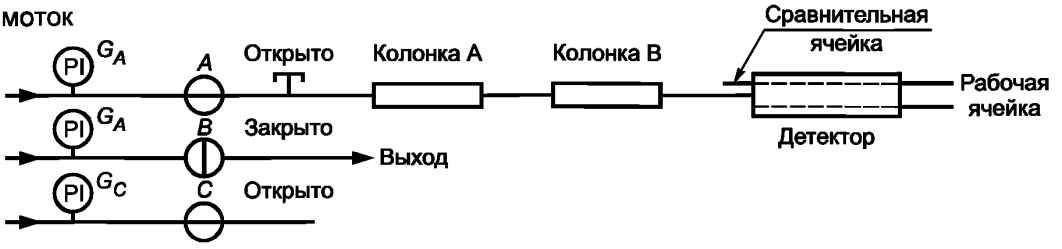
[A] Указанное время переключения на обратную продувку должно быть определено для каждой системы колонок.

А Схема аппарата и оборудование



В Система переключения потока

1 Прямоток



2 Обратная продувка

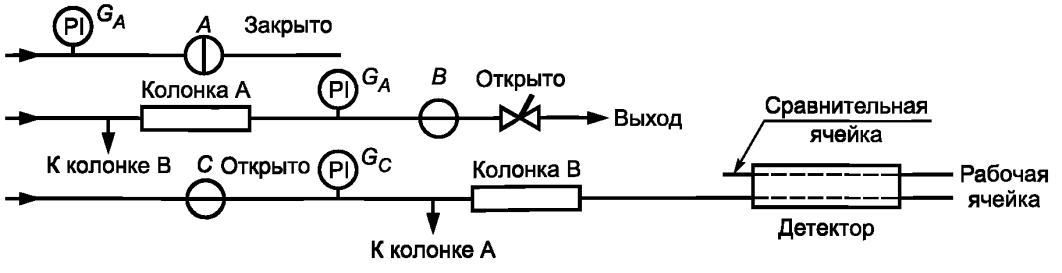


Рисунок 1 — Обратная продувка с изменением давления

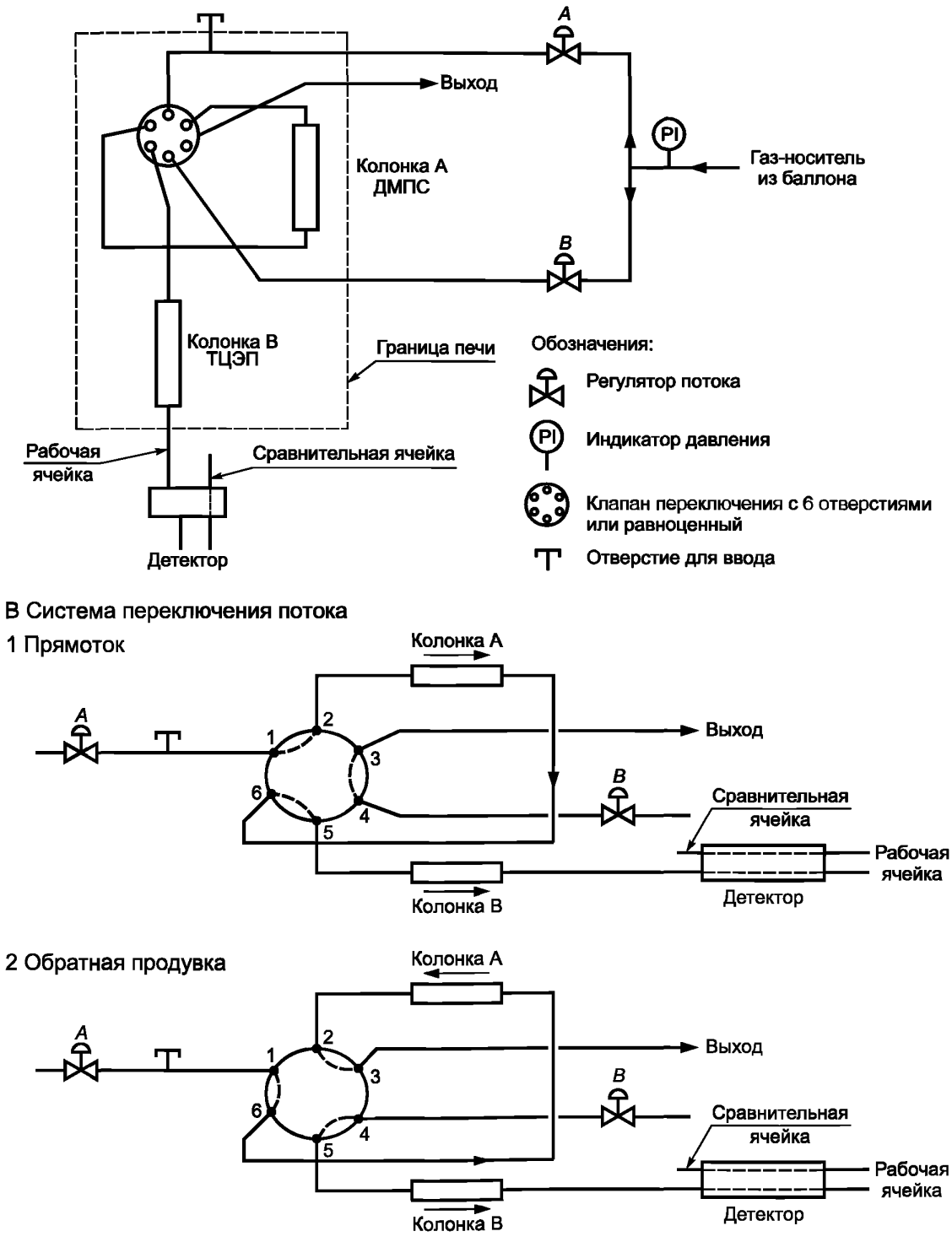


Рисунок 2 — Обратная продувка с переключением клапанов

5.2 Колонки

5.2.1 Колонка А — колонка длиной 0,8 м (2,5 фута), внешним диаметром 3,2 мм (1,8 дюйма) из нержавеющей стали, заполненная хромосорбом W, 60 — 80 меш с нанесенными 10 % по массе диметилполисилоксана (например OV-101).

5.2.2 Колонка В — колонка длиной 4,6 м (15 футов), внешним диаметром 3,2 мм (1,8 дюйма) из нержавеющей стали, заполненная хромосорбом Р, 80 — 100 меш с нанесенными 20 % по массе ТЦЭП.

5.3 Записывающее устройство (диаграммное записывающее устройство)

Электронный интегратор или компьютер, обеспечивающие графическое представление хроматограммы. Электронный интегратор или компьютер должны обеспечивать измерение 0,1 % по объему МЭК с удовлетворительным соотношением сигнал-фон (шум). Если применяется ленточный диаграммный самописец, то рекомендуется использовать потенциометр с регистрацией диапазона 0 — 1 мВ, со временем отклика 2 с или менее и максимальным уровнем шума ± 3 % от всей шкалы. При использовании диаграммного самописца при работе с максимальной чувствительностью для образца объемом 2 мкл, содержащего 0,1 % по объему МЭК, отклонение должно составлять 4 мм.

5.4 Микрошприц вместимостью 5 мкл.

5.5 Пипетки мерные класса А вместимостью 0,5, 1,5, 10, 15 и 20 $см^3$ (АСТМ Е 694, АС М Е 969).

5.6 Пипетки измерительные: вместимостью 1 и 2 $см^3$, калиброванные с ценой деления 0,01 $см^3$; вместимостью 5 $см^3$, калиброванные с ценой деления 0,1 $см^3$, используемые для отбора бензола и толуола в количествах (по объему), которые невозможно измерить мерными пипетками (АСТМ Е 1044, АСТМ Е 1293) при приготовлении стандартных образцов (11.1).

Примечание 1 — Допускается использовать другое мерное оборудование, с помощью которого можно отбирать необходимые объемы в необходимых допустимых пределах, отличное от указанного в 5.5 и 5.6.

5.7 Колбы мерные вместимостью 25 и 100 $см^3$.

5.8 Вибратор электрический.

5.9 Источник вакуума.

5.10 Испаритель вакуумный ротационный.

5.11 Колба для кипячения жидкости круглодонная с коротким горлышком со стандартным коническим шлифом 24/40 вместимостью 500 $см^3$, пригодная для работы с испарителем (5.10).

5.12 Лампа инфракрасная.

5.13 Бюретки автоматические с цельным резервуаром вместимостью 25 $см^3$.

6 Материалы

6.1 Газ-носитель — гелий, чистота 99,99 %.

Предупреждение — Сжатый газ под высоким давлением.

6.2 Твердый носитель — дробленый огнеупорный кирпич, 60 — 80 меш и 80 — 100 меш, промытый кислотой (хромосорб W, 60 — 80 меш, хромосорб Р, 80 — 100 меш).

6.3 Жидкие фазы — 1,2,3-трис(2-цианоэтокси)пропан (ТЦЭП) и диметилполисилоксан[1)].

6.4 Растворители

6.4.1 Метанол, х.ч.

Предупреждение — Воспламеняем. Пары вредны при вдыхании. Может привести к летальному исходу или явиться причиной слепоты при вдыхании или попадании внутрь (проглатывании).

6.4.2 Хлороформ, х.ч.

Предупреждение — Может привести к летальному исходу при попадании внутрь. Вреден при вдыхании.

6.4.3 Хлористый метилен для промывки колонок.

Предупреждение — Вреден при вдыхании. Высокие концентрации могут вызвать потерю сознания или смерть.

[1)] Жидкими фазами (такими как OV-101) для наполнения колонок являются фазы типа димелтилполисилоксана. Допускается использовать другие эквивалентные фазы. Сведения можно получить у изготовителей колонок и поставщиков фаз.

6.4.4 Ацетон для промывки колонок.

Предупреждение — Чрезвычайно воспламеняем. Пары могут воспламеняться.

6.4.5 Бензин — испытуемый образец.

Предупреждение — Чрезвычайно воспламеняем. Пары вредны при вдыхании.

6.5 Внутренний стандарт

6.5.1 Метилэтилкетон (МЭК) чистотой не менее 99,5 %.

Предупреждение — Воспламеняем. Пары вредны при вдыхании.

6.6 Калибровочные стандарты

6.6.1 Бензол чистотой не менее 99 мольных %.

Предупреждение — Яд, канцероген. Вреден и смертелен при попадании внутрь. Пары могут воспламеняться.

6.6.2 Изооктан (2,2,4-триметилпентан) чистотой не менее 99 мольных %.

Предупреждение — Чрезвычайно воспламеняем. Вреден при вдыхании.

6.6.3 Толуол.

Предупреждение — Воспламеняем. Пары вредны при вдыхании.

6.6.4 н-Нонан чистотой не менее 99 мольных %.

Предупреждение — Воспламеняем. Пары вредны при вдыхании.

7 Отбор проб

7.1 Пробы испытуемого бензина отбирают в соответствии с АСТМ Д 4057.

8 Подготовка насадочного материала для колонок

8.1 Подготавливают два типа насадочного материала (один состоит из 10 % по массе диметилполисилоксана на хромосорбе W; другой — из 20 % по массе ТЦЭП на хромосорбе Р) в соответствии со следующими процедурами.

8.1.1 Насадка с диметилполисилоксаном: взвешивают 45 г хромосорба W , 60 — 80 меш, помещают его в колбу испарителя вместимостью 500 $см^3$ (5.10). Растворяют 5 г диметилполисилоксана примерно в 50 $см^3$ хлороформа.

Предупреждение — Попадание хлороформа внутрь (проглатывание) может привести к летальному исходу. Вреден при вдыхании.

Наливают полученный раствор ДМПС в хлороформе в колбу, содержащую хромосорб W. Присоединяют колбу к испарителю (5.10), соединяют с вакуумной системой и включают мотор. Включают инфракрасную лампу и дают возможность насадке тщательно перемешаться до сухого состояния.

8.1.2 Насадка с 1,2,3-трис(2-цианоэтокси)пропаном (ТЦЭП): взвешивают 80 г хромосорба Р, 80 — 100 меш, помещают его в колбу испарителя вместимостью 500 $см^3$ (5.10). Растворяют 20 г ТЦЭП в 200 $см^3$ метанола и наливают в колбу, содержащую хромосорб Р. Присоединяют колбу к испарителю (5.10), соединяют его с вакуумной системой и включают мотор. Включают инфракрасную лампу и дают возможность насадке тщательно перемешаться до сухого состояния. Насадку не нагревают выше 180 °С.

9 Подготовка колонки

9.1 Промывка колонки

Очищают трубку из нержавеющей стали следующим образом: присоединяют металлическую воронку к одному концу стальной трубки. Держат или устанавливают трубку из нержавеющей стали в вертикальном положении и помещают стакан для слива под выпускной конец трубки. Наливают примерно 50 $см^3$ хлористого метилена в воронку и дают возможность ему стекать через стальную трубку в стакан для слива.

Предупреждение — Хлористый метилен вреден при вдыхании. Высокие концентрации могут вызвать потерю сознания или смерть.

Повторяют операцию промывки, используя 50 $см^3$ ацетона.

Предупреждение — Ацетон чрезвычайно воспламеняем. Пары могут воспламеняться.

Удаляют воронку и прикрепляют стальную трубку к воздушной линии при помощи виниловой трубки. Удаляют весь растворитель из стальной трубки, продувая ее профильтрованным воздухом, не содержащим масла, или используя вакуум.

9.2 Заполнение колонок

Колонки А и В для установки в хроматограф подготавливают отдельно. Заполняют трубку высотой 0,8 м (колонка А) насадкой с диметилполисилоксаном (8.1.1) и трубку высотой 4,6 м (колонка В) насадкой с ТЦЭП (8.1.2) следующим образом. Закрывают один конец каждой трубки тампоном из стекловаты и присоединяют этот конец к источнику вакуума с помощью трубочки, набитой стекловатой. К другому концу присоединяют маленькую полиэтиленовую воронку, используя короткую виниловую трубочку.

Включают вакуум и засыпают соответствующий насадочный материал в воронку до заполнения колонки. Для оседания насадки во время заполнения колонки используют электрический вибратор. Убирают воронку и отключают вакуумный источник. Удаляют верхние 6 мм (1/4 дюйма) насадки и в этот конец колонки вставляют тампон из стекловаты.

10 Схема аппарата и установка режима его работы

10.1 Кондиционирование колонки

Устанавливают колонки А и В, как показано на рисунках 1 или 2, в соответствии с выбранным способом (5.1). Не подсоединяют выходной конец колонки В к детектору до тех пор, пока не завершится процесс кондиционирования. Пропускают сквозь колонку гелий со скоростью приблизительно 40 $см^3$/мин.

Кондиционируют колонку при указанных ниже температурах в течение установленных периодов времени.

Температура, °С	Период времени, ч
50	1/2
100	1/2
150	1
170	3

10.2 Сборка

Подсоединяют колонку В к детектору. Регулируют рабочие условия согласно таблице 1, но с отключенным детектором.

10.3 Регулировка скорости потока газа-носителя

10.3.1 Установка системы обратной продувки с изменением давления (рисунок 1)

10.3.1.1 Открывают краны *A* и *B* и закрывают кран *C*; устанавливают регулятор первичного давления на требуемую скорость потока (таблица 1) через систему колонки (при приблизительном давлении датчика 205 кПа (30 psi)). Измеряют скорость потока на выходе детектора (рабочая ячейка). Следят за давлением на датчике G_C.

10.3.1.2 Закрывают кран *A* и открывают краны *B* и *C*. Показание давления на датчике G_A должно сразу упасть до нуля. В противном случае открывают игольчатый клапан, пока давление не упадет до нуля.

10.3.1.3 Закрывают кран *B*. Устанавливают регулятор вторичного давления, так, чтобы показание датчика G_C было на 3,5 — 7 кПа (0,5 — 1 psi) выше значения, наблюдаемого в 10.3.1.1.

10.3.1.4 Открывают кран *B* и регулируют контрольный игольчатый клапан на выходе обратной продувки до тех пор, пока давление на G_A не приблизится к 14 — 28 кПа (2 — 4 psi).

10.3.1.5 Прямоток

Открывают краны *A* и *C* и закрывают кран *B* (рисунок 1, В 1).

10.3.1.6 Обратная продувка

Закрывают кран *A* и открывают кран *B* (при переключении с прямотока на обратную продувку не должно быть сдвига нулевой линии. Если имеется сдвиг нулевой линии, то слегка увеличивают вторичное давление (рисунок 1).

10.3.2 Установка системы обратной продувки с переключением клапанов (рисунок 2)

10.3.2.1 Устанавливают клапан в режим прямотока (рисунок 2, В 1) и регулируют контроль потока А, чтобы получить требуемую скорость потока (таблица 1). Измеряют скорость потока на выходе детектора (рабочая ячейка).

10.3.2.2 Устанавливают клапан в позицию обратной продувки (рисунок 2, В 2), измеряют скорость потока на выходе детектора (рабочая ячейка). Если скорость потока изменилась, корректируют скорость потока В, она не должна отличаться от требуемой более чем на ± 1 $см^3$/мин.

10.3.2.3 Несколько раз меняют положение клапана от прямотока на обратную продувку и наблюдают нулевую линию. Не должно быть скачка или сдвига нулевой линии после первоначальной отдачи клапана, происходящих в результате волны повышенного давления. Если имеется сдвиг нулевой линии, то регулируют поток В (слегка увеличивают или уменьшают) до уравновешивания нулевой линии (постоянный сдвиг может указывать на утечки где-то в системе).

10.4 Определение времени переключения на обратную продувку

Время переключения на обратную продувку отличается для каждой системы колонки и должно определяться опытным путем следующим образом: готовят смесь из 5 % по объему изооктана в н-нонане. Пользуясь приемами ввода, описанными в 11.4, и применяя выбранный способ (10.3) в режиме прямотока, вводят 1 мкл смеси изооктан/н-нонан. Дают хроматограмме записываться до тех пор, пока не вымоется н-нонан и сигнал детектора не вернется к нулевой линии. Измеряют время в секундах от ввода до возвращения сигнала детектора к нулевой линии между пиками изооктана и н-нонана. В этой точке должен элюировать весь изооктан, а н-нонана не должно быть. Половина установленного времени должна быть приблизительно равна времени переключения на обратную продувку и составлять 30— 60 с. Повторяют опыт, включая ввод, но переключая систему в режим обратной продувки в предварительно определенное время. При этом на хроматограмме должен быть виден весь изооктан и небольшой пик (или полное отсутствие) н-нонана. При необходимости проводят дополнительно опыты, регулируя время переключения на обратную продувку до достижения условия, когда на хроматограмме полностью элюирует изооктан, а н-нонан полностью отсутствует или присутствует в очень малом количестве. Таким образом, установленное время переключения на обратную продувку, в том числе текущие операции с клапаном, необходимо использовать во всех последующих калибровках и испытаниях.

11 Калибровка и стандартизация

11.1 Стандартные образцы

Готовят семь стандартных образцов, содержащих от 0 % до 5 % по объему бензола и от 0 % до 20 % по объему толуола следующим образом.

Для каждого стандартного образца помещают нижеуказанный объем бензола и толуола в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Доводят до метки изооктаном, причем все компоненты и лабораторная посуда должны находиться при температуре окружающей среды.

Бензол		Толуол	
% по объему	$см^3$	% по объему	$см^3$
5	5,0	20	20,0
2,5	2,5	15	15,0
1,25	1,25	10	10,0
0,67	0,67	5	5,0
0,33	0,33	2,5	2,50
0,12	0,12	1	1,0
0,06	0,06	0,5	0,50

11.2 Калибровочные смеси

Точно отмеряют 1,0 $см^3$ МЭК в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ и доводят до метки первым стандартным образцом (11.1). Продолжают эту операцию, пока не будут приготовлены все смеси.

Примечание 2 — Могут быть использованы торговые стандартные образцы, включающие и те, которые предварительно смешаны с внутренним стандартом МЭК.

11.3 Хроматографический анализ

Каждую калибровочную смесь анализируют (хроматографируют) в условиях, установленных в 10.4, используя следующие приемы ввода.

11.4 Ввод образца

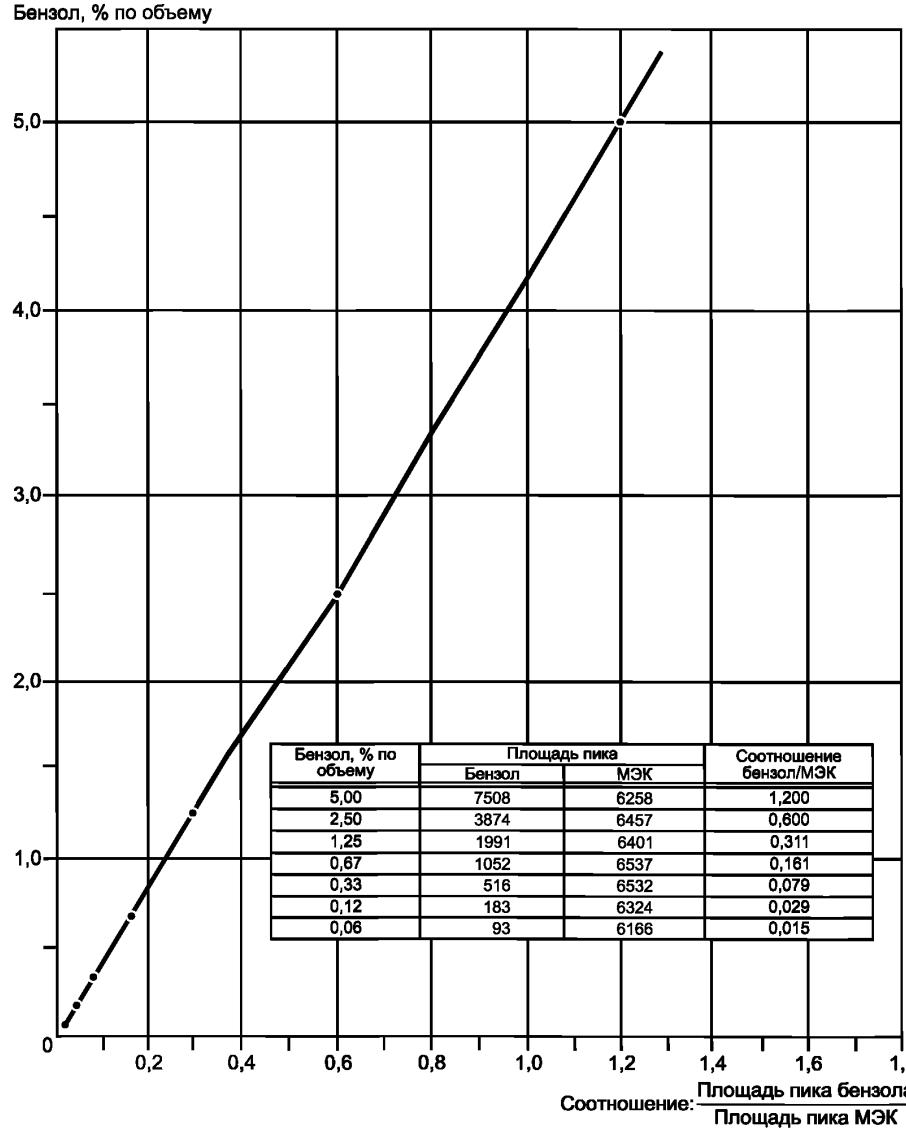
11.4.1 Рекомендуется применение автоматической системы ввода образца.

Если необходимо провести ввод образца вручную, следует выполнять приемы ввода, указанные в 11.4.2 так, чтобы получить острые симметричные пики.

11.4.2 Промывают микрошприц вместимостью 5 мкл не менее трех раз анализируемой смесью и затем заполняют его приблизительно 3 мкл образца (избегают попадания в шприц любых воздушных пузырьков). Медленно выдавливают образец, пока в шприце не останется 2,0 мкл, вытирают тканью иглу и оттягивают поршень, чтобы впустить 1 — 2 мкл воздуха в шприц. Протыкают иглой шприца прокладку инжектора хроматографа и затем проталкивают иглу до упора. Далее полностью выдавливают поршень шприца и тотчас вынимают шприц из хроматографа.

11.5 Калибровка

Измеряют как площадь пиков ароматических углеводородов, так и площадь пика внутреннего стандарта, как указано в 12.4. Рассчитывают отношение площади пика бензола к площади пика МЭК. Строят график зависимости: концентрация бензола — отношение площадь пика бензола/площадь пика МЭК. Проводят тот же самый расчет и строят график для толуола. Пример приведен на рисунке 3. Это необхо-



Бензол, % по объему	Площадь пика		Соотношение бензол/МЭК
	Бензол	МЭК	
5,00	7508	6258	1,200
2,50	3874	6457	0,600
1,25	1991	6401	0,311
0,67	1052	6537	0,161
0,33	516	6532	0,079
0,12	183	6324	0,029
0,06	93	6166	0,015

Рисунок 3 — Типичная калибровочная кривая бензола (определяют для каждой аналитической системы)

димо для гарантии того, что вся хроматографическая система работает надлежащим образом и концентрация любого из компонентов не превышает линейный диапазон отклика любой части системы: колонки, детектора, интегратора и других компонентов. Калибровочный график должен быть линейным.

Примечание 3 — Вместо расчетной процедуры калибровки, установленной в 11.5, могут использоваться расчеты калибровки, выполненные с использованием компьютерных хроматографических систем.

Примечание 4 — Если установлено, что калибровочный график линеен, то для расчета калибровочного коэффициента можно выполнить расчет методом наименьших квадратов. Показатели прецизионности в разделе 14 определены по данным, полученным расчетным путем по калибровочным графикам, и их нельзя использовать, если применяют калибровочные коэффициенты.

12 Испытание

12.1 Подготовка образца

Точно отмеряют 1,0 см^3 МЭК в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Доводят объем до метки испытуемым образцом и хорошо перемешивают.

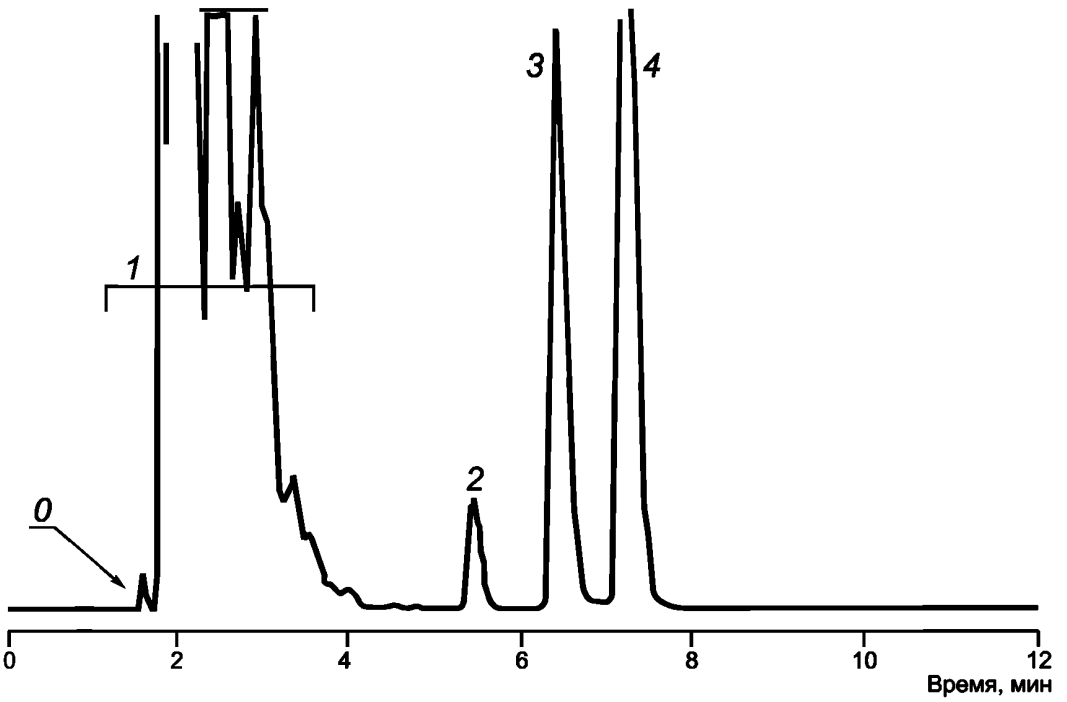
12.2 Хроматографический анализ

Хроматографируют образец в условиях, установленных в 10.4 (время переключения на обратную продувку), пользуясь приемами ввода образца по 11.4. Клапаны должны переключаться на режим обратной продувки во время, определенное в 10.4, для того, чтобы нежелательные компоненты не поступали в колонку В.

12.3 Интерпретация хроматограммы

Пики бензола, толуола и внутреннего стандарта МЭК идентифицируют на хроматограмме по времени удерживания стандартов.

Примечание 5 — Порядок элюирования следующий: неароматические углеводороды, бензол, МЭК и толуол при применении вышеуказанных диметилполисилоксана и ТЦЭП. Пример типичной хроматограммы приведен на рисунке 4.



0 — обратная продувка; *1* — неароматические соединения; *2* — бензол; *3* — МЭК (внутренний стандарт); *4* — толуол

Рисунок 4 — Типичная хроматограмма

12.4 Измерение площади

Измеряют площади пиков ароматических углеводородов и пика МЭК обычными методами.

Примечание 6 — Показатели прецизионности в разделе 14 определены по данным, полученным с помощью электронных интеграторов или компьютеров. Эти показатели прецизионности применять нельзя, если используют другие методы интегрирования или измерения площади пика.

13 Расчет

13.1 Рассчитывают отношения площадей пиков бензола и толуола к площади пика МЭК. Определяют по соответствующей калибровочной кривой содержание бензола и толуола в процентах по объему согласно рассчитанным отношениям площадей пиков.

13.2 Если результаты необходимо выразить в процентах по массе, то поступают следующим образом

$$\text{Бензол, \% по массе} = \frac{V_B}{D}\,0{,}8844, \quad (1)$$

где V_B — процент по объему бензола;

D — относительная плотность образца при 15,6/15,6 °С (60/60 °F).

$$\text{Толуол, \% по массе} = \frac{V_T}{D}\,0{,}8719, \quad (2)$$

где V_T — процент по объему толуола;

D — относительная плотность образца при 15,6/15,6 °С (60/60 °F).

13.3 Записывают содержание бензола и толуола в процентах по объему с точностью до 0,01.

14 Прецизионность и смещение (отклонение)

14.1 Для обоснования приемлемости результатов с 95 %-ной доверительной вероятностью следует применять следующие критерии. Пользователю следует выбирать такие значения показателей прецизионности, которые соответствуют области концентраций каждого компонента.

14.1.1 Повторяемость

Расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же лаборантом на идентичном испытуемом материале с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных условиях в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать нижеследующие значения только в одном случае из двадцати.

Таблица 2 — Повторяемость

Компонент	Предел, % по объему	Повторяемость	Номер примечания
Бензол	0,1 — 1,5	0,03 (X) + 0,01	7
Бензол	> 1,5	0,03	8
Толуол	1,7 — 9	0,03 (X) + 0,02	7
Толуол	> 9	0,62	8
Примечание — X = среднее значение (% по объему) компонента.			

14.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными лаборантами, работающими в разных лабораториях в течение длительного времени на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать нижеследующие значения в одном случае из двадцати.

Таблица 3 — Воспроизводимость

Компонент	Предел, % по объему	Воспроизводимость	Номер примечания
Бензол	0,1 — 1,5	0,13 (X) + 0,05	7
Бензол	> 1,5	0,28 (X)	8
Толуол	1,79 — 9	0,12 (X) + 0,07	7
Толуол	> 9	1,15	8
Примечание — X = среднее значение (% по объему) компонента.			

Примечание 7 — Для того, чтобы отразить изменения в составе бензина, для настоящего метода была определена его прецизионность с использованием стандартных образцов бензинов, содержащих оксигенаты (простые эфиры такие, как метилтретбутиловый эфир, этилтретбутиловый эфир и третамилметиловый эфир). Показатели прецизионности не отражают результаты для бензинов, которые могут содержать спирты.

Установленные показатели прецизионности должны быть использованы, когда концентрация бензола (0,1 % — 1,5 % по объему) и толуола (1,7 % — 9 % по объему) находится в пределах указанного диапазона.

Примечание 8 — Прецизионность была определена с использованием товарных автомобильных бензинов, покупаемых в розницу.

Показатели прецизионности должны быть использованы, когда концентрация бензола превышает 1,5 % по объему и толуола — 9 % по объему.

14.2 Смещение (отклонение)

Смещение (отклонение) не может быть установлено из-за отсутствия приемлемого стандартного метода, подходящего для измерения отклонения для настоящего метода.

Приложение А
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным региональным стандартам

Таблица А.1

Обозначение ссылочного регионального стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 4057	*
АСТМ Е 694	*
АСТМ Е 969	*
АСТМ Е 1044	*
АСТМ Е 1293	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного регионального стандарта. Перевод данного регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: автомобильный бензин, авиационный бензин, бензол, толуол, метод газовой хроматографии

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 20.07.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 73 экз. Зак. 592.

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