МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕНЗОЛА И СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ

Издание официальное

БЗ 1—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.633.001.4:006.354 Группа Б19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

Метод определения бензола и суммарного содержания ароматических углеводородов

ГОСТ 29040—91

Gasolines.
Method of determination of benzene and total aromatics

МКС 75.160.20

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения бензола от 1,0 % до 10,0 % и суммарного содержания ароматических углеводородов в автомобильных бензинах.

Сущность метода заключается в хроматографическом разделении углеводородов бензина на высокополярной селективной неподвижной фазе, обеспечивающей элюирование бензола после насыщенных и олефиновых углеводородов и определении бензола и суммарного содержания ароматических углеводородов.

Продолжительность определения — 10—20 мин.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Хроматограф ЛХМ-80 или аналогичного типа с детектором по теплопроводности или пламенно-ионизационным, интегратором и колонкой из нержавеющей стали длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм. Газовое питание хроматографа осуществляется согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Твердые носители:

- хроматон N-AW-HMDS (0,20—0,25 мм), цветохром ДМДХС или аналогичный носитель, обработанный кислотой;
- хромосорб PAW (0,15—0,18 мм).

Неподвижная фаза:

- 1, 2, 3, 4, 5, 6-гексакис-бета (цианэтокси) гексан (ГЦЭГ);
- нитрилсиликон (OV-275).

Растворители:

- хлороформ, ч, по ГОСТ 20015;
- ацетон, ч, по ГОСТ 2603;
- спирт этиловый, 1 сорт, по ГОСТ 18300;
- петролейный эфир.

Эталоны для хроматографии, х. ч.:

- бензол по ТУ 6—09—779;
- толуол по ТУ 6—09—786;
- этилбензол по ГОСТ 9385;
- *о*-ксилол по ТУ 6—09—915;
- *м*-ксилол по ТУ 6—09—4565;
- *п*-ксилол по ТУ 6—09—4609;
- нонан по ТУ 6—09—660;
- декан по ТУ 6—09—659;
- додекан по ТУ 6—09—3730;
- 1, 2, 4-триметилбензол по ТУ 6—09—785;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2004

- 1, 3, 5-триметилбензол по ТУ 6п—45 или ТУ 6—05—06—1228;
- алкилбензин (алкилат) по ТУ 38.101372 или бензин деароматизированный по ГОСТ 12329.

Микрошприц объемом 1 мкдм^3 (1 мкл) с ценой деления 0,02 мкдм^3 (0,02 мкл).

Секундомер с ценой деления не более 0,2 с.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Цилиндр на 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Линейка измерительная с ценой деления шкалы не более 0,01 см.

Лупа измерительная с ценой деления шкалы не более 0,01 см.

Баня водяная любого типа.

Весы лабораторные 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.

Допускается применять аппаратуру по классу точности и реактивы по квалификации не ниже указанных в настоящем стандарте.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление насадки для колонки

Насадку готовят в зависимости от анализируемого бензина.

Для анализа бензинов с температурой кипения до 205 °С:

насадку готовят в количестве (10,0 ± 0,5) г, из которых 10 % составляет неподвижная фаза ГЦЭГ и 90 % — твердый носитель хроматон N-AW-HMDS. В качестве растворителя используют хлороформ в количестве 100 см^3.

Для анализа бензинов с температурой кипения до 215 °С:

насадку готовят в количестве (17,0 ± 0,5) г, из которых 30 % составляет неподвижная фаза OV-275 и 70 % — твердый носитель хромосорб PAW. В качестве растворителя используют ацетон в количестве 100 см^3.

Насадку готовят в вытяжном шкафу на водяной бане при постоянном осторожном перемешивании до полного удаления растворителя.

2.2. Подготовка хроматографической колонки и заполнение ее насадкой осуществляются в соответствии с инструкцией к хроматографу.

2.3. Колонку присоединяют к испарителю хроматографа и термостатируют в потоке газа-носителя от 50 °С при программировании температуры со скоростью 2 °С/мин до 140 °С с неподвижной фазой ГЦЭГ или 160 °С с неподвижной фазой OV-275. Выдерживают при максимальной температуре 3 ч. Затем термостат охлаждают и соединяют колонку с детектором.

3. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2517.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Включение хроматографа, установку заданных параметров, настройку электрических блоков и регистратора проводят согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

4.2. Оптимальные условия проведения испытания бензина приведены в табл. 1.

Таблица 1

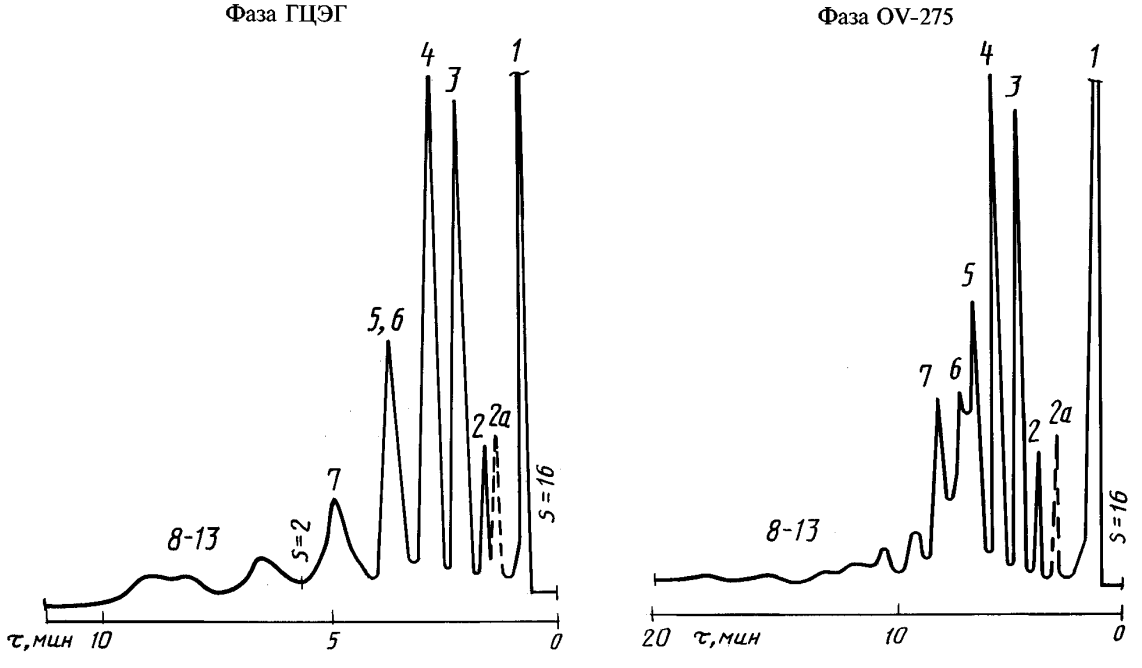
Показатель	Значение
Скорость диаграммной ленты, мм/ч:	
- при работе с ГЦЭГ	600; 720
- при работе с OV-275	240; 300
Объем пробы, мкдм^3 (мкл)	1
Температура термостата колонки, °С:	
- при работе с ГЦЭГ	90—110
- при работе с OV-275	150
Температура испарителя, °С	250

Продолжение табл. 1

Показатель	Значение
Температура детектора, °С	150
Ток детектора по теплопроводности, мА	150
Расход газа-носителя, $см^3$/мин	30—40
Расход газов для пламенно-ионизационного детектора, $см^3$/мин:	
- водород	30
- воздух	300

При использовании хроматографов других типов или других твердых носителей допускается изменять условия проведения анализа бензинов, указанные в табл. 1, но при этом бензол должен элюироваться после додекана, а четкость разделения углеводородов должна быть не хуже чем на приведенных хроматограммах (черт. 1).

Хроматограммы бензина АИ-92 и внутреннего стандарта (додекан)



1 — неароматические углеводороды; *2а* — додекан; *2* — бензол; *3* — толуол; *4* — этилбензол, *п*-, *м*-ксилол; *5, 6* — *о*-ксилол, ароматические углеводороды C_9; *7—13* — ароматические углеводороды C_9—C_{10}

Черт. 1

4.3. Хроматограммы рассчитывают с помощью интегратора или ручным способом.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Определение поправочных коэффициентов

5.1.1. Для установления поправочных коэффициентов чувствительности детектора к углеводородам относительно стандарта (бензола), поправочный коэффициент для которого принимается равным 1, готовят три—пять калибровочных смесей, имитирующих анализируемый бензин. Например, готовят смесь следующего состава в процентах (по массе):

- алкилат (или бензин деароматизированный)	50—45
- нонан	4—5
- декан	1—2
- бензол	5—2
- толуол	7—10
- этилбензол	3—4
- *п*-ксилол	5—4
- *м*-ксилол	15—20
- *о*-ксилол	5—4
- ароматический углеводород C_9	100—ΣC_i,

где ΣC_i — сумма массовых долей предыдущих компонентов в смеси, %.

Анализ смеси проводят при условиях, указанных в табл. 1. Поправочный коэффициент чувствительности детектора к углеводороду (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{ст}}{m_{ст} \cdot S_i}, \quad (1)$$

где m_i — масса компонента в калибровочной смеси, г;

$m_{ст}$ — масса компонента в калибровочной смеси, выбранного в качестве стандарта (бензол), г;

S_i — площадь пика компонента в калибровочной смеси;

$S_{ст}$ — площадь пика компонента в калибровочной смеси, выбранного в качестве стандарта.

5.2. Хроматограмму бензина рассчитывают методом внутренней нормализации (сумма площадей всех пиков на хроматограмме принимается равной 100 % с учетом поправочных коэффициентов).

Массовую долю бензола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_2 \cdot K_2}{\sum\limits_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i} \cdot 100, \quad (2)$$

где S_2 — площадь пика бензола;

K_2 — поправочный коэффициент бензола, равный 1;

$\sum\limits_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i$ — сумма площадей пиков с учетом поправочных коэффициентов.

Суммарную массовую долю ароматических углеводородов (X_a) в процентах вычисляют по формуле

$$X_a = \frac{\sum\limits_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i - S_1 \cdot K_1}{\sum\limits_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i} \cdot 100, \quad (3)$$

где $\sum\limits_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i$ — сумма площадей пиков с учетом поправочных коэффициентов;

S_1 — площадь пика насыщенных и олефиновых углеводородов;

K_1 — поправочный коэффициент чувствительности для насыщенных и олефиновых углеводородов.

5.3. При определении массовой доли только бензола в бензине можно использовать метод внутреннего стандарта.

В качестве внутреннего стандарта рекомендуется использовать додекан в количестве 3 %—5 %.

Массовую долю бензола (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i}{S_{ст} \cdot K_{ст}} \cdot 100R, \quad (4)$$

где S_i, $S_{ст}$ — площади пиков бензола и внутреннего стандарта;

R — отношение массы внутреннего стандарта к массе анализируемой смеси (без стандарта);

K_i, $K_{ст}$ — поправочные коэффициенты чувствительности бензола и внутреннего стандарта.

5.4. Объемную долю бензола (X') в процентах вычисляют по формуле

$$X' = \frac{\rho_1 \cdot X}{\rho_2}, \tag{5}$$

где ρ_1 — плотность бензина по ГОСТ 3900, г/см^3;

X — массовая доля бензола, %;

ρ_2 — плотность бензола, 0,879 г/см^3.

Суммарную объемную долю ароматических углеводородов (X_a') в процентах вычисляют по формуле

$$X_a' = \frac{\rho_1 \cdot X_a}{\rho_a}, \tag{6}$$

где ρ_a — плотность ароматических углеводородов, рассчитанная согласно составу анализируемого бензина по формуле

$$\rho_a = \frac{\sum_{i=1}^{n} \rho_i \cdot X_i}{X_a}, \tag{7}$$

где X_i, ρ_i — массовая доля и плотность индивидуальных ароматических углеводородов и групп ароматических углеводородов, элюируемых одним пиком на хроматограмме и рассчитанных на основании индивидуального углеводородного состава бензина риформинга.

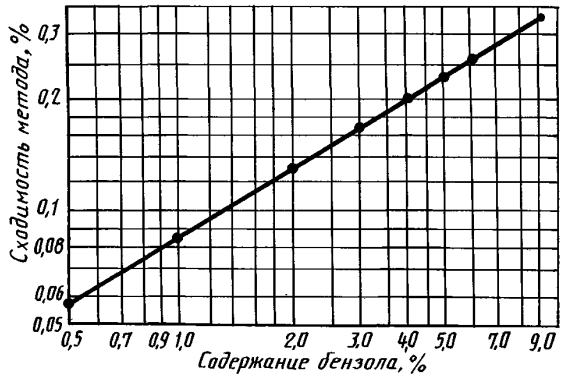
Плотности индивидуальных ароматических углеводородов и групп ароматических углеводородов, идентифицированные на хроматограмме, приведены в приложении.

5.5. За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух последовательных определений и округляют до десятичного знака.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1. Сходимость

Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, приведенного на черт. 2 для большего результата для массовой доли бензола и 1 % — для суммарной массовой доли ароматических углеводородов.



Черт. 2

6.2. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,4 % для массовой доли бензола и 2 % — для суммарной массовой доли ароматических углеводородов.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ПЛОТНОСТЬ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ, ИДЕНТИФИЦИРОВАННЫХ НА ХРОМАТОГРАММЕ

Таблица 2

Номер пика на хроматограмме	Углеводороды	Плотность, г/см^3
2	Бензол	0,8790
3	Толуол	0,8670
4	Этилбензол, *п*-, *м*-ксилол	0,8640
5, 6	*о*-ксилол, ароматические C_9	0,8760
7—13	Ароматические C_9—C_{10}	0,8676

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

Е.М. Никоноров, д-р техн. наук; **В.В. Булатников,** канд. техн. наук; **В.Д. Милованов,** канд. техн. наук; **С.А. Леонтьева,** д-р хим. наук; **Г.И. Москвина,** канд. техн. наук; **Л.А. Садовникова,** канд. техн. наук; **В.А. Квасова,** канд. хим. наук; **О.М. Лукашина; Н.М. Королева**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.06.91 № 998

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1770—74	Разд. 1
ГОСТ 2517—85	Разд. 3
ГОСТ 2603—79	Разд. 1
ГОСТ 9147—80	Разд. 1
ГОСТ 9385—77	Разд. 1
ГОСТ 12329—77	Разд. 1
ГОСТ 18300—87	Разд. 1
ГОСТ 20015—88	Разд. 1
ТУ 6п—45—89	Разд. 1
ТУ 6—05—06—1228	Разд. 1
ТУ 6—09—659—77	Разд. 1
ТУ 6—09—660—76	Разд. 1
ТУ 6—09—779—76	Разд. 1
ТУ 6—09—785—76	Разд. 1
ТУ 6—09—786—76	Разд. 1
ТУ 6—09—915—76	Разд. 1
ТУ 6—09—3730—74	Разд. 1
ТУ 6—09—4565—77	Разд. 1
ТУ 6—09—4609—78	Разд. 1
ТУ 38.101372—84	Разд. 1

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2004 г.

Редактор *О.В. Гелемеева*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 30.08.2004. Подписано в печать 13.09.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 126 экз. С 3926. Зак. 780.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru