
**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(ЕАСС)**

**EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)**



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ**

ГОСТ
_____ -201_
(проект, КЗ,
первая редакция)

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

**Определение остатка методом газовой хроматографии с помощью
ввода пробы в колонку**

(ASTM D 7756-19, IDT)

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Товариществом с ограниченной ответственностью «Стройинжиниринг Астана»

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан (Госстандарт)

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) (протокол № ____ от _____ 201_г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 Настоящий стандарт идентичен американскому стандарту ASTM D7756-19 Стандартный метод определение остатка в сжиженных углеводородных газах (LP) методом газовой хроматографии с помощью ввода пробы в колонку (Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection)

Стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и является прямой ответственностью подкомитета D02.H0 по сжиженному углеводородному газу

Перевод с английского языка (en)

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов ASTM и международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении Д

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст этих изменений - в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение остатка методом газовой хроматографии с помощью ввода пробы в колонку¹

Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection

Дата введения ____

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения растворимых углеводородсодержащих веществ (маслянистых остатков) в сжиженном углеводородном газе.

Примечание — Углеводородсодержащие вещества обладают меньшей летучестью, чем сжиженные углеводородные газы (СУГ).

1.2 Настоящий стандарт применим для определения количества остатка в LPG в диапазоне от 10 до 600 мг/кг (млн⁻¹), температура кипения которого составляет 174 - 522 °С (от C₁₀ до C₄₀). Вещества с более высокой температурой кипения и вещества, налипшие на хроматографическую колонку не определяются по настоящему стандарту.

1.3 В приложениях X3, X4 и X6 приведено описание дополнительных способов применения технических средств и методик, описанных в настоящем стандарте. В приложении X3 приведено описание методики проведения анализа, позволяющей расширить диапазон анализа до бензола, в приложении X4 приведено описание методики анализа диизопропаноламина, содержащегося в LPG и в приложении X6 приведено описание процедуры испытания для анализа тяжелых остатков или загрязняющих веществ (примерно от C₄₀ до C₆₀) в LPG.

1.4 Значения, указанные в единицах СИ, должны рассматриваться как стандартные. Единицы в скобках представлены только для справки.

1.5 Настоящий стандарт не включает рассмотрение вопросов безопасности, если таковые имеются, относящихся к его использованию. Организация мероприятий по обеспечению надлежащей безопасности и гигиены труда и определение применимости нормативных ограничений перед их использованием является ответственностью пользователя данного стандарта.

1.6 Настоящий стандарт разработан в соответствии с положениями по стандартизации, признанными на международном уровне, учрежденными Решением по Положениям о разработке международных стандартов, указателей и методических рекомендаций, изданных Комитетом по техническим барьерам в торговле (ТБТ) Всемирной Торговой организации.

¹ Настоящий стандарт находится под юрисдикцией Комитета ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы» и является прямой ответственностью подкомитета D02.H0 по Газохроматографическим методам.

Настоящее издание утверждено 1 мая 2019 г. Опубликовано в июне 2019 г. Первоначально стандарт был утвержден в 2011 г. Предыдущее издание было утверждено в 2018 как D7756 – 18. DOI:10.1520/D7756-19.

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

2 Нормативные ссылки²

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

ASTM D1265 Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method (Стандартная методика отбора проб сжиженных углеводородных газов (СУГ), ручной метод).

ASTM D1835 Specification for Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартная спецификация на сжиженные углеводородные газы (СУГ)).

ASTM D2158 Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартный метод определения содержания остатков в сжиженных углеводородных газах (LPG)).

ASTM D2163 Test Method for Analysis of Liquefied Petroleum (LP) Gases and Propene Concentrates by Gas Chromatography (Стандартный метод определения содержания углеводородов в сжиженных углеводородных газах и смесях пропана/пропилена с помощью газовой хроматографии).

ASTM D2421 Practice for Interconversion of Analysis of C₅ and Lighter Hydrocarbons to Gas-Volume, Liquid-Volume, or Mass Basis (Стандартная методика по взаимному преобразованию результатов анализа C₅ и более легких углеводородов на газо-объемную, жидкостно-объемную или массовую основу).

ASTM D2598 Practice for Calculation of Certain Physical Properties of Liquefied Petroleum (LP) Gases from Compositional Analysis (Методика расчета определенных физических свойств сжиженных углеводородных газов методом анализа состава вещества).

ASTM D3700 Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder (Стандартная практика получения проб сжиженного углеводородного газа с использованием цилиндра с плавающим поршнем).

ASTM D6299 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Методика применения статистических методов обеспечения качества и методов контрольных карт для оценки рабочих характеристик системы аналитических измерений).

ASTM D6300 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Методика определения точности и погрешности для использования в методике испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов).

ASTM D6667 Test Method for Determination of Total Volatile Sulfur in Gaseous Hydrocarbons and Liquefied Petroleum Gases by Ultraviolet Fluorescence (Стандартный метод определения общего содержания летучей серы в газообразных углеводородах и сжиженных нефтяных (попутных) газах с помощью ультрафиолетовой флуоресценции).

ASTM E355 Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships (Руководство по терминам и определениям газовой хроматографии).

ASTM E594 Practice for Testing Flame Ionization Detectors Used in Gas or Supercritical Fluid Chromatography (Руководство по испытанию пламенно-ионизационных детекторов, используемых в газовой хроматографии).

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным

² Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM. service@astm.org. В информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения, относящиеся к хроматографии (Definitions of Terms Concerning Chromatography) — В настоящем стандарте содержится большое количество ссылок на общепринятые методики проведения газовой хроматографии, термины и определения. Дополнительную терминологию, относящуюся к работе с газовой хроматографией, описаны в Руководствах ASTM E355 и ASTM E594.

3.2 Определения, относящиеся к сжиженному углеводородному газу (Definitions of Terms Concerning Liquefied Petroleum Gases) — В настоящем стандарте содержатся ссылки на определения сжиженного углеводородного газа по ASTM D1835.

3.3. Определения терминов, относящихся к настоящему стандарту:

3.3.1 Инжектор сжиженного газа высокого давления (high pressure liquefied gas injector, n) — Устройство для ввода пробы сжиженного газа в хроматографическую колонку при давлении и комнатной температуре, обеспечивающее сохранение пробы в жидкой фазе в процессе ее ввода.

3.3.2 Установка подачи давления (pressure station, n) — Устройство, которое обеспечивает подачу азота высокого давления на соответствующий пробоотборник, тем самым обеспечивая сохранение пробы в жидкой фазе в процессе ее ввода

4 Сущность метода

4.1 В пробоотборнике LPG поднимают давление 2500 кПа (363 psi) азотом или гелием.

4.2 Систему ввода пробы промывают LPG, находящимся в жидкой фазе, при температуре окружающей среды.

4.3 После промывки, устройство ввода пробы устанавливается в отверстие инжектора газового хроматографа; LPG (время срабатывания 25 мс (30 мкл)) подается через клапан высокого давления и иглу, которая входит в инжектор холодного ввода в колонку пробы большого объема.

4.4 Газовый хроматограф оснащен клапаном отдува растворителя, через который происходит сбор легких фракций LPG, и посредством которого отбираются компоненты для анализа.

4.5 Определяемый маслянистый остаток удерживается в предколонке.

4.6 После отвода LPG поток из предколонки переводится в аналитическую колонку и происходит запуск температурной программы.

4.7 Маслянистый остаток отделяется, его состав определяют на основе различия температур кипения его компонентов.

4.8 Суммарное количество остатка определяют с помощью суммирования площадей компонентов, соответствующих ожидаемому диапазону от C₁₀ до C₄₀ (174 - 522 °C).

5 Значение и применение

5.1 Определение содержания остатка согласно ASTM D1835 необходимо для практического применения LPG. Маслянистый остаток в LPG становится причиной

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

загрязнения и может оказывать неблагоприятное воздействие при производстве, транспортировки или хранении.

5.2 Данный метод определения остатка является ускоренным и более точным по сравнению с ручными методами, таким как метод, описанный в стандарте ASTM D2158, в основе которого используют испарение проб большого объема с последующим визуальным или гравиметрическим подсчетом содержимого остатка.

5.3 Данный метод позволяет выполнить более точные измерения тяжелых (маслянистых) компонентов остатка с предельным количественным определением, равным 10 мг/кг суммарного остатка.

5.4 При использовании данного метода можно получить как количественные результаты, так и информацию относительно состава загрязняющих веществ, такую как диапазон температур кипения и хроматографический профиль (фингерпринт). Полученные данные необходимы для отслеживании источника образования конкретного загрязняющего вещества.

6 Аппаратура

6.1 Газовый хроматограф (ГХ) — можно использовать любой газохроматографический прибор, оснащенный инжектором холодного ввода в колонку пробы большого объема (LVOC1), термостатом колонок для линейного программирования температуры колонки и пламенно - ионизационным детектором (FID). Регулирование температуры при анализе должно обеспечивать повторяемость времени удерживания с точностью до 0,05 мин (3 с).

6.2 Обработка данных — можно использовать любой интегратор или компьютерную систему сбора данных для отображения хроматографического сигнала детектора и вычисления площади пика.

6.3 Клапан отдува растворителя — регулируемый клапан, предназначенный для ввода большей части пробы.

6.4 Пустой капилляр — капилляр из нержавеющей стали без покрытия. Успешно применяемые колонки и условия их для применения приведены в таблице 1.

6.5 Удерживающая предколонка — колонка с неподвижной фазой из полидиметилсилоксана. Используемые колонки и условия их применения приведены в таблице 1.

6.6 Аналитическая колонка — колонка с неподвижной фазой из полидиметилсилоксана. Успешно применяемые колонки и условия их для применения приведены в таблице 1.

6.7 Муфта колонки — Соединительное устройство — герметичная муфта, подходящая для соединения пустого капилляра с пред колонкой. (Местоположение соединений внутри ГХ термостата и соединений клапана отдува растворителя см. рисунок 1).

6.8 Разделитель колонок — разделитель, используемый в качестве герметичного соединения удерживающей предколонки с аналитической колонкой, с одной стороны, и деактивированного капилляра с другой. (Местоположение соединений внутри ГХ термостата и соединений клапана отдува растворителя, см. рисунок 1).

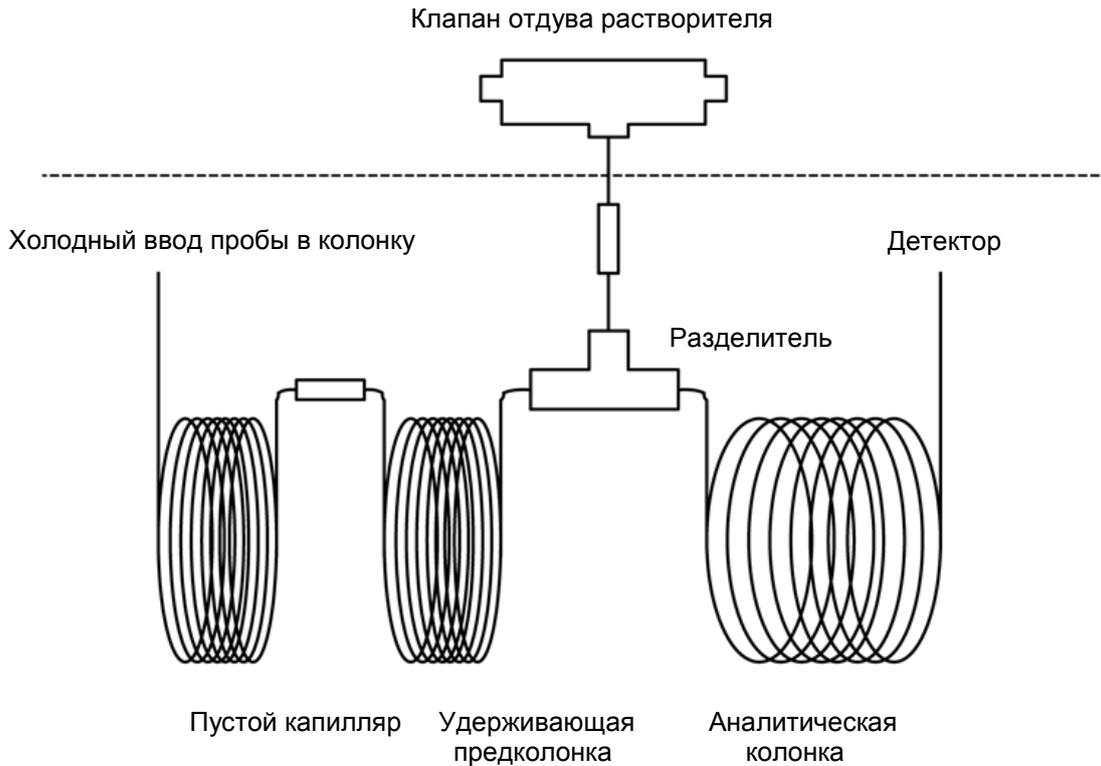


Рисунок 1 — Схема расположения соединений внутри термостата колонки ГХ и соединений клапана отдува растворителя

6.9 Инжектор сжиженного газа высокого давления — клапан высокого давления, напрямую соединенный с иглой, которая вводится в отверстие ввода пробы в ГХ, после чего происходит срабатывание клапана и подача предвзвешенной аликвоты в систему ГХ без различия пробы (см. рисунок 2).

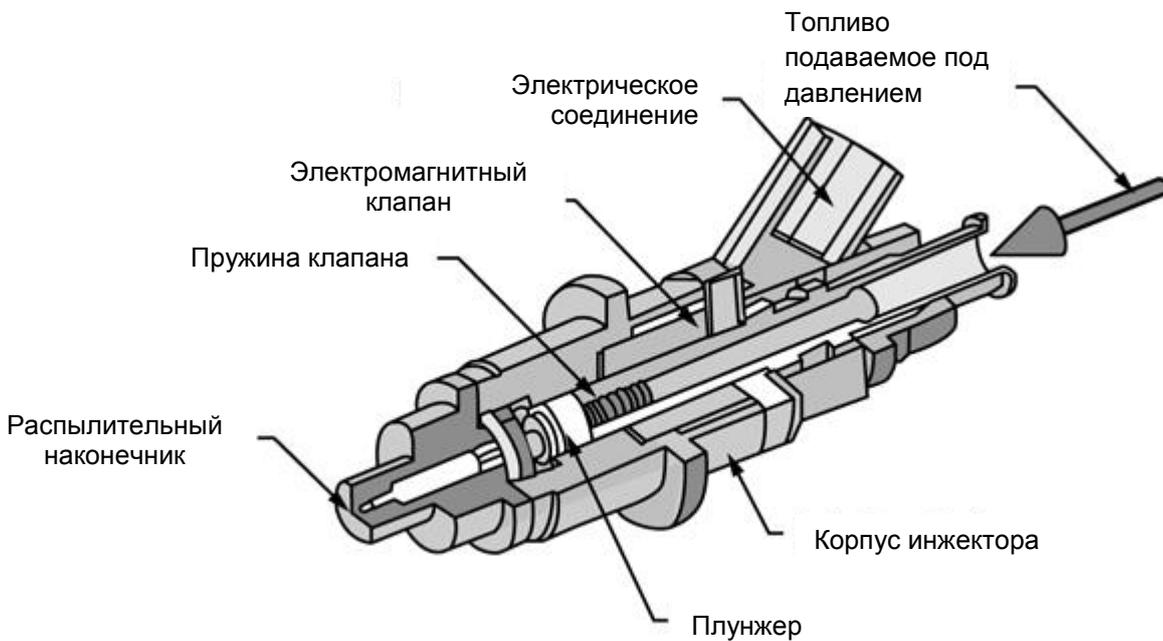
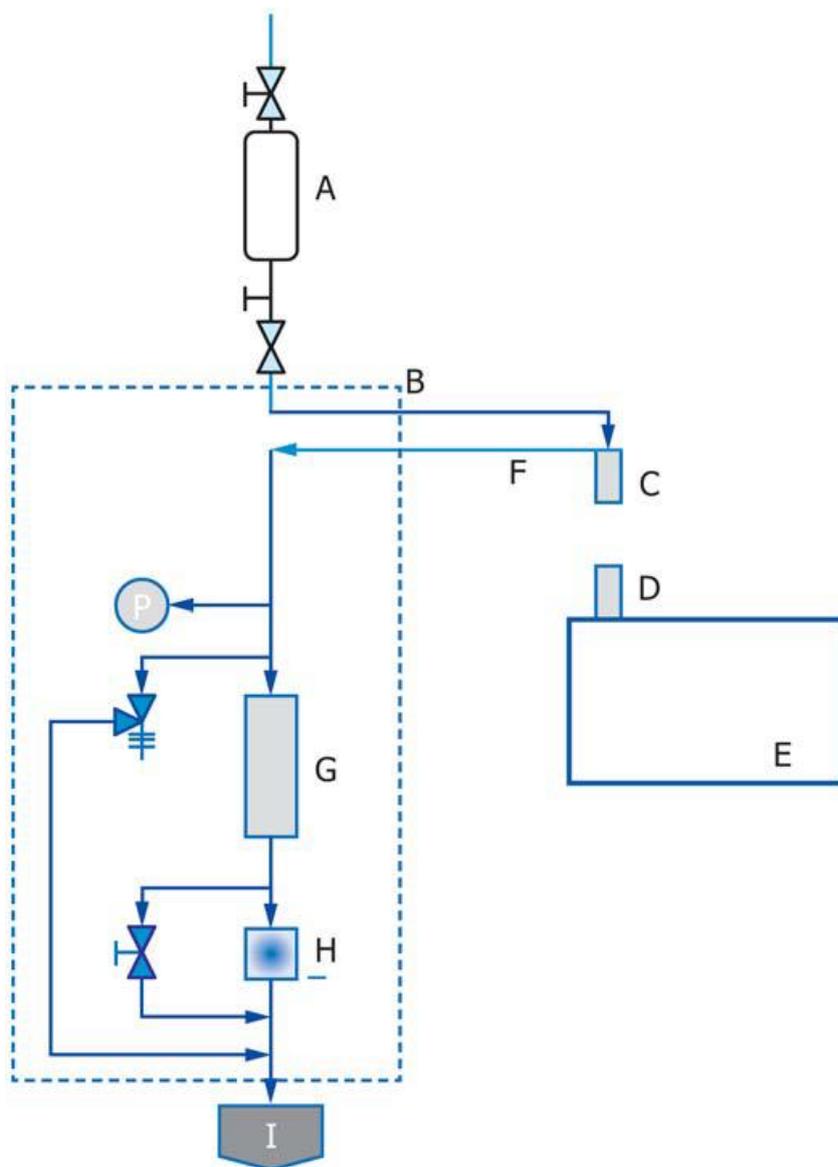


Рисунок 2 — Клапан высокого давления

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

6.10 Станция нагнетания давления — обеспечивает ввод пробы в жидкой фазе при постоянном давлении. Типичная конфигурация показана на рисунке 3.



- A – Баллон для пробы
- B - Линия ввода пробы
- C - Устройство ввода пробы
- D - Холодный ввод пробы в колонку
- E - Газовый хроматограф
- F - Вывод пробы
- G - Ротаметр
- H - Испаритель
- I - Система стока
- P - Манометр

Рисунок 3 — Типичная конфигурация установки подачи давления

6.11 Типичная схема колонки — см. рисунок 1

6.12 Типичные рабочие условия — см. таблицу 1

Таблица 1 — Типичные рабочие условия

Программа термостата	35 °С в течение 3 мин от 35 °С до 340 °С при 25 °С/мин 340 °С в течение 10 мин
Программа ввода пробы	Тип: холодный ввод непосредственно в колонку Температура: 65 °С в течение 3 мин От 55 °С до 340 °С при 25 °С/мин 340 °С в течение 9 мин
Настройки детектора	Расход воздуха: 400 мл/мин Расход водорода: 40 мл/мин Расход добавляемого газа: 45 мл/мин Температура: 350 °С Скорость передачи данных: 20 Гц
Колонка	Предколонка: Sulfinert ^A капилляр из нержавеющей стали с внутренним диаметром 0,53 мм и длиной 5 м Удерживающая предколонка: 3 м 100% Диметилполисилоксан: 0,53 мм, 2,65 мкм Аналитическая колонка: 100% Диметилполисилоксан 30 м, 0,32 мм, 0,25 мкм
Установка подачи давления	Поток пробы 2 мл/мин Давление азота: 2500 кПа Давление продувки азотом: 500 кПа
Инжектор сжиженного газа	Ввод: 25 мс
^A Sulfinert является торговой маркой SilcoTek, 112 Benner Circle, Bellefonte, PA 16823, www.SilcoTek.com	

7 Реактивы и материалы

7.1 Минеральное масло в калибровочной смеси LPG — сертифицированная калибровочная смесь LPG с содержанием минерального масла. Концентрация минерального масла должна быть равной концентрации анализируемых загрязняющих веществ в пробе LPG.

7.2 Минеральное масло в калибровочной смеси пентана — подготавливают смесь калибровочного стандарта минерального масла в пентане. Фиксируют измеренное значение объема минерального масла с точностью до миллиграмма и рассчитывают концентрацию в мг/кг. Концентрация минерального масла должна быть равной прогнозируемой концентрации загрязняющих веществ в пробе LPG.

7.2.1 Стандарты на пентане, представляющие собой жидкость при комнатной температуре, должны храниться в соответствующих контейнерах при отрицательных температурах и перемещаться в пробоотборник перед использованием. В ином случае, стандарты допускается хранить в воздухонепроницаемых баллонах.

7.3 Минеральное масло или узкая углеводородная фракция имеет температуру кипения в диапазоне от C₁₀ до C₄₀. В ином случае, точно определенная узкая углеводородная фракция в диапазоне от C₁₀ до C₄₀ может быть использована для выполнения количественного и качественного сравнения с загрязнителем в пробе.

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

Необходимо гарантировать отсутствие значительного выхода из диапазона от C_{10} до C_{40} .

7.4 Стандарт сравнения, минеральное масло в пентане — подготовить стандарт сравнения минерального масла в пентане. Записать точное измеренное значение объема минерального масла с точностью до миллиграмма и рассчитать концентрацию в мг/кг.

Концентрация минерального масла должна быть такая же, что и прогнозируемая концентрация загрязняющих веществ в пробе LPG.

7.5 Стандарт времени удерживания N-алкана - смесь, содержащая, по меньшей мере C_{10} и C_{40} в концентрации (номинальной) 5 мг/л, растворенная в пентане или гептане.

7.6 Растворитель — пентан хроматографической чистоты.

8 Риски

8.1 Существует значительный риск возникновения пожара от LPG. Температура кипения LPG может достигать минус 41 °С, при этом существует риск обморожений. Во избежание воспламенения или пожара следует принять соответствующие меры предосторожности и применять надлежащие средства индивидуальной защиты от контакта с LPG.

8.2 Требуется использование надлежащей системы вытяжной вентиляции в лаборатории.

8.3 Системы вентиляции должны монтироваться надлежащим образом. К вентиляции должны быть присоединены установка подачи давления и инжектор. Система сброса вентиляции должна располагаться за пределами здания.

8.4 Установка подачи давления, цилиндр, инжектор и контроллер должны быть заземлены.

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Газовый хроматограф — устанавливают и проверяют исправность функционирования в соответствии с инструкциями изготовителя. Типичные рабочие условия установлены в таблице 1.

9.2 Установка подачи давления — монтируют в соответствии с инструкциями изготовителя. Выполняют продувку пробы и тщательно проверяют на наличие утечек.

9.3 Инжектор сжиженного газа высокого давления — монтируют в соответствии с инструкциями производителя.

9.4 Конфигурация колонок — монтируют, как показано на рисунке 1. Используют нижнюю часть мертвого объема, выполняют проверку на утечку.

10 Калибровка

10.1 Одноточечную калибровку выполняют при запуске прибора в том случае, если результат пробы сравнения выходит за пределы значений, допустимых статистическим контролем качества SQC согласно разделу 14, либо после внесения изменений в аппаратное обеспечение или подачу газа, или их сочетание.

10.2 Для проверки линейности системы в диапазоне ожидаемых концентраций остатков пробы, следует выполнить проверку линейности. Более подробную информацию см. в приложении X5.

10.3 Проводят холостой прогон без ввода пробы. Повторяют прогоны до тех пор, пока базовая линия ГХ не стабилизируется. Базовая линия считается стабильной, когда входной и выходной сигналы двух последовательно выполненных холостых

циклов анализа расходятся не более чем на 5 %. Нестабильность базовой линии может быть вызвана утечкой, газами детектора, либо высококипящими компонентами или веществами, которые не были элюированы из колонки. Высота сигнала в конце цикла калибровки, проверки или анализа пробы, должна быть равна или выше базовой линии холостого прогона. Высота сигнала, превышающая базовую линию более, чем на 5%, может свидетельствовать о плохо подготовленной колонке, либо об элюировании компонентов пробы с температурой кипения выше 522 °С. Инструкции по подготовке колонки см. в листе технических данных на колонку.

10.4 Определяют время удерживания стандарта *n*-алкана (7.6) и устанавливают время удерживания для C₁₀ и C₄₀. Между растворителем и первым нормальным пиком алкана (C₁₀) базовая линия должна разделяться. Если разделение недостаточно, регулируют температуру программы, выполняют повторную установку базовой линии, после чего повторно определяют время удерживания стандарта. Пример показан на рисунке 4.

10.5 Анализируют калибровочную смесь. Калибровочная смесь представляет собой либо смесь LPG, либо пентан (см. 7.1 и 7.2).

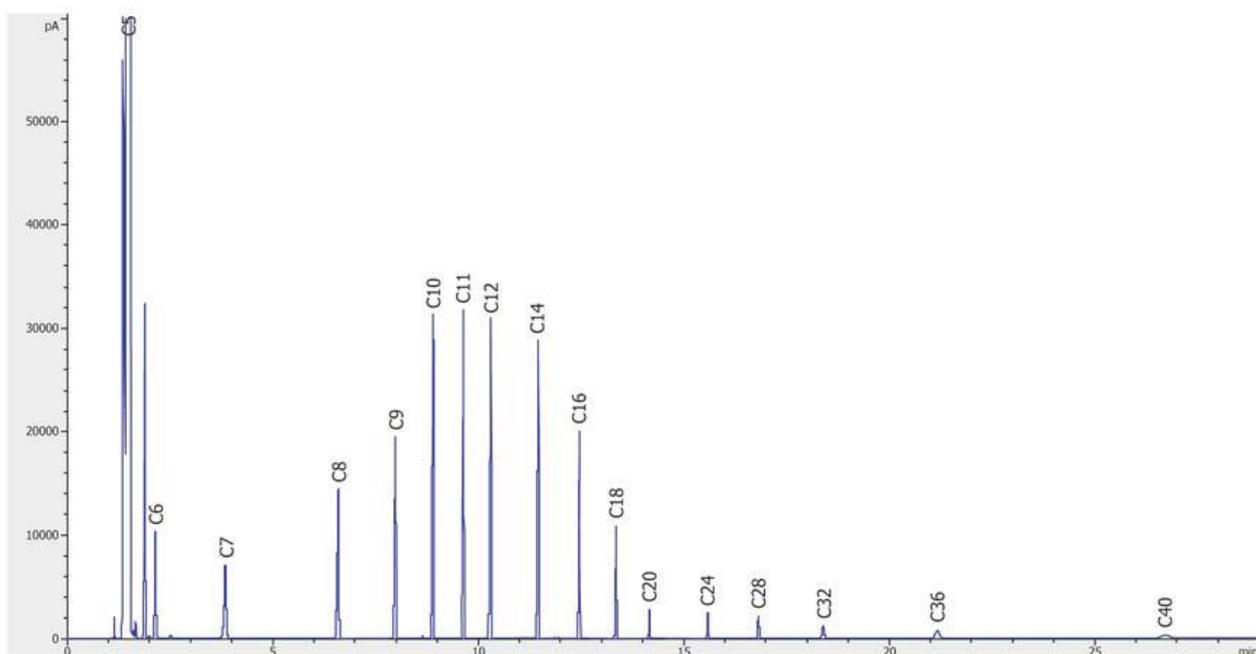


Рисунок 4 — Хроматограмма компонентов от C₁₀ до C₄₀:
термостат 40 °С в течение 5 мин, от 40 до 325 °С при 25 °С/мин, 325 °С
в течение 13,6 мин

10.6 Определяют суммарный маслянистый остаток, сложив площади от C₁₀ до C₄₀.

10.7 Определяют теоретический коэффициент чувствительности, поделив известное значение концентрации на общую площадь; данный коэффициент можно использовать для расчета неизвестных проб, допуская, что все компоненты пробы имеют одинаковый коэффициент чувствительности.

10.8 Анализируют пробу сравнения с помощью инжектора сжиженного газа. Анализ пробы сравнения следует проводить раз в день перед началом анализа проб. В случае, если результат анализа пробы сравнения выходит за пределы значений, допустимых статистическим контролем качества SQC согласно разделу 14, проводят повторный анализ.

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

11 Процедура

11.1 Отбирают представительную пробу в соответствии с ASTM D1265 или ASTM D3700.

11.2 Подсоединяют пробоотборник к установке подачи давления и подают давление примерно (2500 ± 200) кПа (363 ± 29 psi). Чтобы гарантировать повторяемость размера ввода пробы, необходимо поддерживать и точно повторять указанное давление

11.3 Открывают пробоотборник с обеих сторон и промывают пробу в течение трех минут при расходе примерно 5 мл/мин.

11.4 Вводят пробу (пусковой импульс 25 мс при 2500 кПа, что соответствует примерно 30 мкл).

11.5 Анализируют каждую пробу дважды. Если разница между результатами двух анализов более 5 %, выполняют дополнительный прогон и принимают два наиболее близких друг к другу результата.

11.6 После ввода пробы, закрывают пробоотборник и повторяют, как указано в 11.3, для ввода следующей пробы. По окончании всех циклов анализа, закрывают пробоотборник и стравливают давление в системе. Снимают пробоотборник.

11.7 Определяют суммарный маслянистый остаток, сложив площади от C_{10} до C_{40} .

11.8 Чтобы ввести пробу сравнения, заполняют пробоотборник стандартом и выполняют действия, описанные в процедуре ввода проб LPG.

12 Расчет и обработка результатов

12.1 Убедиться, что разделение между пиком матрицы и C_{10} достаточно для верного интегрирования остатка. Пример показан на рисунке 5.

12.2 Проводят интегрирование со времени удерживания C_{10} либо в точке, где уклон пика растворителя достигает минимума (долина). Данная точка должна располагаться не выше, чем удвоенное значение базовой линии, выраженное в пА.

12.3 Расчет основан на коэффициенте чувствительности и поправке на разницу в плотности между пробой и калибровочной смесью. Поправка на разницу в плотности между пробой и калибровочным стандартом выполняется, как указано в методике ASTM D6667 (см. Приложение X1),

12.4 Расчет коэффициента чувствительности на основе калибровочной смеси рассчитывается по формуле (1):

$$Rf = S_{cg}/A_c \quad (1)$$

где Rf - коэффициент чувствительности;

S_{cg} - содержание минерального масла в калибровочном стандарте LPG либо в стандарте пентана, мг/кг в массе;

A_c - суммарная площадь пиков в диапазоне от C_{10} до C_{40} в калибровочном стандарте LPG или пентана.

12.5 Рассчитывают концентрации остатка пробы; если калибровочная смесь и проба имеют одинаковую плотность рассчитывается по формуле (2):

$$S = Area \times Rf \quad (2)$$

где S - содержание минерального масла в пробе, мг/кг,

Area - суммарная площадь пиков в диапазоне от C_{10} до C_{40} в пробе;
Rf - коэффициент чувствительности.

12.6 Если калибровочная смесь и проба имеют различную плотность рассчитывают концентрацию остатка пробы с учетом поправки на разницу в плотности по формуле (3):

$$S = Area \times Rf \times Dc/D \quad (3)$$

где *S* - содержание минерального масла в пробе, мг/кг,
Area - суммарная площадь пиков в диапазоне от C_{10} до C_{40} в пробе;
Rf - коэффициент чувствительности;
D - плотность раствора пробы при температуре измерения, г/мл
Dc - плотность калибровочного стандарта при температуре измерения, г/мл.

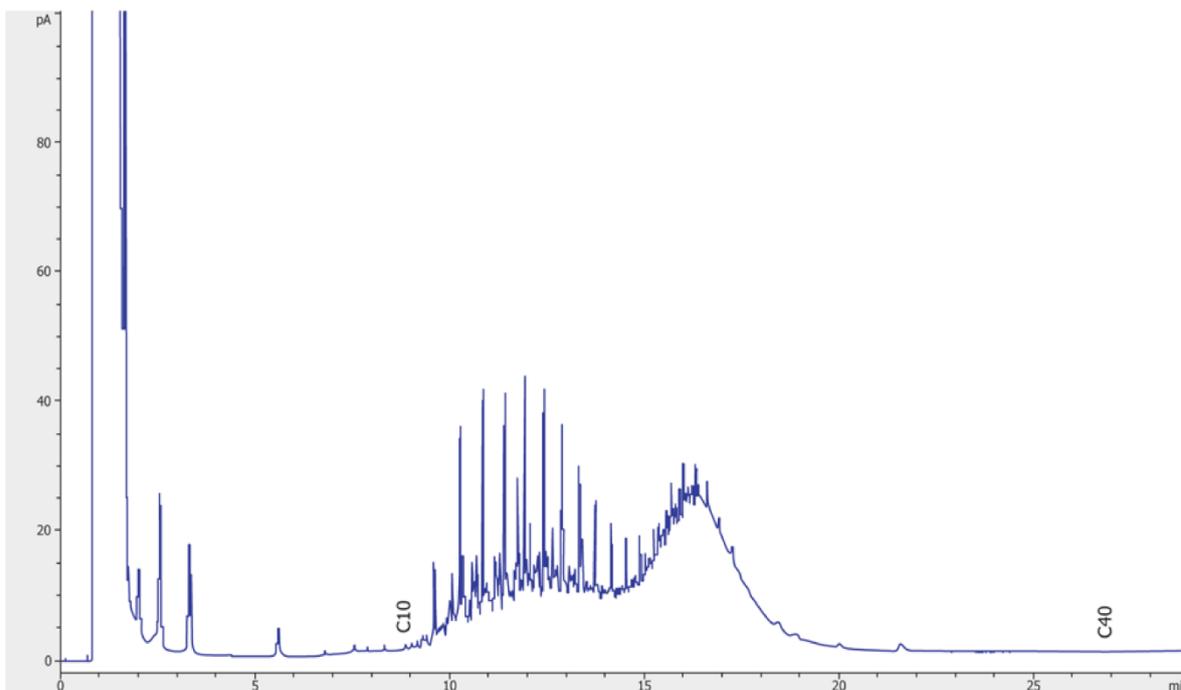


Рисунок 5 - Хроматограмма минерального масла в концентрации 50 мг/кг термостат 40 °С в течение 5 мин, от 40 до 325 °С при 25 °С/мин, 325 °С в течение 13,6 мин

13 Протокол испытаний

13.1 В протоколе испытаний указывают содержание маслянистого остатка в LPG с точностью до мг/кг со ссылкой на данный метод определения остатка.

14 Контроль качества

14.1 Необходимо подтверждать исправность работы прибора или точность метода анализа путем проведения анализа стандартов сравнения (см. 7.4) после каждой калибровки и не реже одного раза в день применения.

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

14.2 Оформленные протоколы контроля (QC)/обеспечения качества (QA), испытательной лаборатории могут использоваться для подтверждения надежности результатов испытания.

14.3 При отсутствии QC/QA можно использовать приложение X2 в качестве QC/QA.

15 Прецизионность и смещение

15.1 Прецизионность — прецизионность настоящего метода определена в соответствии с методикой ASTM D6300 и разделом A21.2.3 Руководства по оформлению ASTM. Прецизионность основана на результатах межлабораторных исследований, проведенных в 2012 году, которые включали анализ пяти проб с помощью семи независимых лабораторных установок и операторов³. Диапазон результатов применим к уравнениям r и R , перечисленных ниже, от 6,1 по 640,8 мг/кг. В таблице 2 приведены примеры значений r и R для различных концентраций остатка.

15.1.1 Повторяемость — расхождение результатов двух испытаний, полученных одним оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном анализируемом материале при нормальном и правильном выполнении метода в течение длительного времени, может превышать значения r , приведенные в таблице 4, только в одном случае из двадцати.

Повторяемость (r) = $0,1453 \times (X)^{0,8292}$ мг/кг

Стандартное отклонение повторяемости = Предел повторяемости / 2,77.

15.1.2 Воспроизводимость — Расхождение результатов двух единичных независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном анализируемом материале при нормальном и правильном выполнении метода в течение длительного времени, может превышать значения R , приведенные в таблице 4, только в одном случае из двадцати.

Воспроизводимость (R) = $0,7929 \times (X)^{0,8292}$ мг/кг.

Стандартное отклонение воспроизводимости = Предел повторяемости / 2,77.

15.2 Смещение — Для данного метода испытаний не существует общепринятого эталонного материала, подходящего для определения смещения, поэтому сведения о смещении не приводятся.

Таблица 2 — Примерные значения r и R для различных концентраций

Уровень маслянистого остатка (мг/кг)	R	r
10.0	5.35	0.98
50.0	20.32	3.72
100.0	36.11	6.62
250.0	77.20	14.15
600.0	159.54	29.24

³ Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе Research Report RR:D02-1762. Обратитесь в службу поддержки ASTM по адресу service@astm.org.

Приложение X1 (справочное)

X1 Расчет плотности LPG и корректировка значения остатка

X1.1 Описание методики

X1.1.1 Масса пробы, вводимой в ГХ через инжектор сжиженного газа, зависит от давления пробы, уставки времени ввода и плотности пробы. При аналитическом способе анализа устанавливаются постоянные значения давления и времени. Изменение вводимой массы возникает при наличии различия в составе (и, соответственно, плотности) между пробой LPG и калибровочным веществом (например, калибровочные стандарты подготовлены на основе пентана).

X1.1.2 Окончательный результат количества остатка, выраженный в мг/кг, требует корректировки с учетом различий вводимой массы. Для этого необходимо знать значения плотности калибровочной матрицы и матрицы пробы.

X1.1.3 Если плотность пробы не была определена путем прямого измерения, можно рассчитать плотность по методике ASTM D2598 с помощью анализа состава LPG. Приведенная формула для расчета плотности требует, чтобы состав пробы был указан в процентном соотношении к объемной доли жидкой фазы.

X1.1.4 Состав LPG определяется ГХ методами, которые, как правило, соответствуют требованиям методики анализа ASTM D2163. Данный метод анализа предполагает предоставление результатов объемной доли жидкой фазы основных компонентов пробы в процентах. В том случае, когда имеющиеся лабораторные аналитические результаты выражены в массовой доле в % масс, или на основе газ-объем (моль), %, для указания в отчете эквивалентного значения на основе жидкость-объем могут быть применены правила преобразования, приведенные в методике ASTM D2421.

X1.1.5 В приведенном ниже примере расчета использованы свойства компонентов, перечисленные в методиках ASTM D2421 и ASTM D2598. Если требуется, значения, указанные в GPA 2145, могут быть заменены. Для получения подробной информации и обновления данных см. методики.

X1.2 Перерасчет % объемной доли жидкой фазы в % масс. согласно ASTM D2421

X1.2.1

$$\text{Объемная доля жидкой фазы, } \%_x = 100 \times \frac{(\text{масс. } \%_x / \text{относительная плотность}_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp} (\text{масс. } \%_n / \text{относительная плотность}_n)} \quad (\text{X1.1})$$

где Объемная доля жидкой фазы, $\%_x$ — объемная доля жидкой фазы всех анализируемых компонентов в пробе, где x равно 1;

$\#comp$ — число анализируемых компонентов в пробе, где x равно 1;

Относительная плотность $_x$ - значение (взятое из ASTM D2421, таблица 2, столбец 3), приведенное для каждого анализируемого компонента x в жидкой фазе;

масс. $\%_x$ — массовая доля каждого анализируемого компонента, взятого из ГХ анализа;

$\sum_{n=1}^{\#comp} (\text{масс. } \%_n / \text{относительная плотность}_n)$ — сумма масс. $\%_n$, разделенная на относительную плотность $_n$ всех анализируемых компонентов.

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

Х1.3 Перерасчет % объемной доли жидкой фазы в % моль (% объемной доли газа) согласно ASTM D2421.

Х1.3.1

$$\begin{aligned} & \text{Объемная доля жидкой фазы, \%}_x \\ & = 100 \times \frac{(\text{молекулярная масса \%}_x / \text{объемная доля}_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp} (\text{молекулярная масса \%}_n / \text{объемная доля}_n)} \end{aligned} \quad (\text{X1.2})$$

где Объемная доля жидкой фазы, %_x — объемная доля жидкой фазы всех анализируемых компонентов в пробе, где x равно 1.

#comp — число анализируемых компонентов в пробе, где x равно 1.

Объемная доля_x — значение (взятое из Методики ASTM D2421, таблица 2, колонка 2), указанное для каждого анализируемого компонента x.

$\sum_{n=1}^{\#comp} (\text{молекулярная масса \%}_n / \text{объемная доля}_n)$ - Сумма молекулярных масс %_n, умноженная на объемную долю всех анализируемых компонентов.

Молекулярная масса %_x - молекулярная масса в процентах каждого выявленного компонента, взятая из ГХ анализа (равная жидкому объему в % идеального газа).

Х1.3.1.1 Свойства компонента взяты из таблиц, приведенных в Методике ASTM D2421. Свойства компонентов для метана, этана, пропана, изобутана, нормального бутана и пентана приведены в таблице Х1.1.

Х1.4 Расчет относительной плотности согласно ASTM D2598

Х1.4.1

$$\text{Относительная плотность}_{\text{смеси}} = \sum_{x=1}^{\#comp} \frac{\text{объемная доля \%}_x \times \text{относительная плотность}_x}{100} \quad (\text{X1.3})$$

где #comp — число анализируемых компонентов в пробе, где x равно 1;

относительная плотность_{смеси} — относительная плотность смеси LPG;

Относительная плотность_x — относительная плотность каждого компонента жидкой фазы, где x равен 1;

Объемная доля %_x — объемная доля жидкой фазы всех анализируемых компонентов в пробе, где x равно 1.

Х1.5 Пример расчета

Х1.5.1.В таблице Х1.1 приведен примерный расчет на основе гипотетического анализа состава LPG. Согласно результатам примерного анализа на хроматограмме выявлен масляный остаток площадью равной 35 мг/кг в пентане (относительная плотность 0,631).

Х1.5.2. Действие 1 — Перерасчет в объемные проценты жидкой фазы %:

$$\text{Объемная доля жидкой фазы, \%}_x = 100 \times \frac{(\text{масс. \%}_x / \text{относительная плотность}_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp} (\text{масс. \%}_n / \text{относительная плотность}_n)} \quad (\text{X1.4})$$

Таблица X1.1 — Свойства компонента

Компонент	% массовой доли
Метан	0,00
Этан	0,05
Пропан	78,45
Изобутан	5,50
<i>n</i> -бутан	16,00

Компонент	% массовой доли	Разделить на относительную плотность жидкой фазы ^A	Коэффициент	Объемная доля жидкой фазы, %, умноженная на коэффициент нормализации (100/191191,928)
Метан	0,00	0,3	0,00	0,00
Этан	0,05	0,35639	0,140	0,07
Пропан	78,45	0,50736	154,624	80,57
Изобутан	5,50	0,56293	9,770	5,09
<i>n</i> -бутан	16,00	0,58407	27,394	14,27
Итого	100,00		191,928	100,00

^A Взято из ASTM D2421, таблица 2, столбец 3.

X1.5.3 Действие 2— Расчет относительной плотности смеси:

$$\text{Относительная плотность}_{\text{смеси}} = \sum_{x=1}^{\# \text{comp}} \frac{(\text{объем жидкости } \%_x \times \text{относительная плотность}_{n_x})}{100}$$

$$\begin{aligned} \text{Относительная плотность}_{\text{смеси}} &= \left(\frac{0,007 \times 0,35639}{100} \right) + \left(\frac{80,57 \times 0,50736}{100} \right) + \left(\frac{5,09 \times 0,56293}{100} \right) + \\ &+ \left(\frac{14,27 \times 0,58407}{100} \right) = 0,521 \end{aligned} \quad (\text{X1.5})$$

Примечание X1.1 — Итоговая относительная плотность округляется до трех десятых в соответствии с ASTM D2598, 5.2.2. Однако, результат может быть представлен до такого количества значимых цифр, как используется для свойств компонента.

X1.5.4 Действие 3 — Применяется для определения разности плотности между образцом LPG и калибрующим веществом пентана:

$$0,631/0,521 \times 35 \text{ мг/кг} = 42 \text{ мг/кг масляный остаток в образце.}$$

Мониторинг контроля качества

X2.1 Следует подтвердить характеристику прибора или методики испытания, анализируя пробу контроля качества (QC).

X2.2 Перед мониторингом процесса измерений, пользователь данной методики должен определить среднее значение и пределы контроля пробы (QC). См.методику ASTM D6299 и MNL7⁴

X2.3 Фиксируют результаты (QC). и анализируют по графикам (QC) или с помощью других статистически эквивалентных методик для установления статуса статистического контроля всего процесса испытания. См. ASTM D6299 и MNL7⁴. Исследуют данные вне контроля для выявления основной причины. Результаты данного исследования могут, но не обязательно, привести к повторной калибровке прибора.

Примечание X2.1 — При отсутствии в методике анализа четких требований, в X2.4 приведены указания по периодичности QC.

X2.4 Периодичность QC зависит от критичности измеряемого качества, демонстрируемой стабильности процесса испытания, а также требований заказчика. Обычно проба QC анализируют каждый день при испытании с использованием штатных проб. Частота QC должна увеличиваться, если периодически контролируется большое количество проб. Если подтверждается, что результаты испытаний находятся в пределах статистического контроля, то частота проведения испытания для проверки QC может быть снижена. Прецизионность пробы QC должна периодически проверяться на точность методу ASTM, чтобы обеспечить качество данных. См. ASTM D6299 и MNL7⁴.

X2.5 Рекомендуется, если это возможно, чтобы тип пробы QC, который регулярно испытывается, был репрезентативным для регулярно анализируемого материала. Достаточные запасы пробы QC должны быть в наличии в течение указанного периода применения и должны быть однородными, стабильными в предполагаемых условиях хранения.

X2.6 См. ASTM D6299 и MNL7⁴ для дальнейшего руководства по методам построения графиков QC и контроля.

⁴ MNL 7, Руководство по представлению данных и анализу контрольной карты, ASTM International.

Приложение ХЗ
(справочное)

Анализ бензола, толуола и углеводородов с числом атомов углерода от С₇ до С₁₀

ХЗ.1 Данный раздел добавлен к методике анализа в качестве руководства по определению остатка в виде тяжелых фракций, температура кипения которых не превышает температуру кипения углеводородов с числом атомов углерода С₁₀ (номинальная температура кипения 174 °С), которые перечислены в разделе 1. Испытания на определение бензола (номинальная температура кипения (ВР) 80 °С) прошли успешно.

ХЗ.2 Для проведения анализа с учетом расширенного диапазона температур кипения требуется сократить время продувки матрицы или растворителя. В пентановой матрице время прохождения через линию отвода, равное 6 секундам, обеспечивает хорошую определяемость 44 млн⁻¹ бензола. Стандартного времени прохождения через линию отвода для углеводородов С₁₀⁺ в течение 50-60 сек достаточно, при условиях, описанных в разделе 6. Чтобы гарантировать корректную интеграцию для последующего количественного подсчета, следует внимательно изучить степень разделения анализируемых компонентов на хроматограмме и пики матрицы, см. рисунок ХЗ.1.

ХЗ.3 Калибровку выполняют в соответствии с методикой, описанной в разделе 10.

ХЗ.4 Суммарный остаток может быть рассчитан путем сложения отдельных пиков, полученных на площади, неразложившегося минерального масла в диапазоне С₁₀ - С₄₀.

ХЗ.5 Извлечение 44 мг/кг бензола по сравнению с 41 мг/кг толуола составляет 98 %. Повторяемость в ходе четырех проведенных анализов показана в таблице ниже:

Компонент	Номинальная концентрация	Среднее значение	Стандартное отклонение	Относительное стандартное отклонение	Извлечение
Бензол	44 мг/кг	40,7	1,38	3,4%	98%
Толуол	41 мг/кг	38,8	1,31	2,9%	100%
н-гептан	33 мг/кг	31,7	0,62	1,9%	102%
н-октан	37 мг/кг	35,4	0,79	2,2%	101%

ГОСТ
(проект, КЗ, первая редакция)

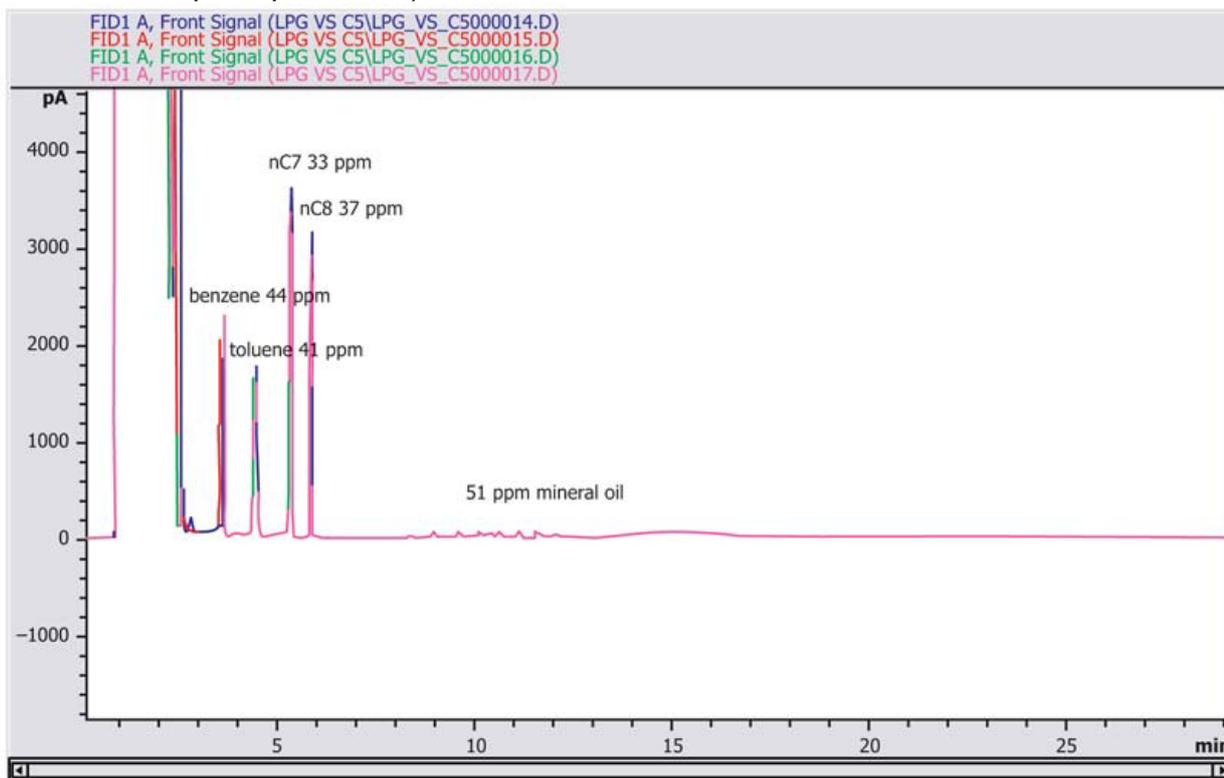


Рисунок X3.1 — Хроматограмма пробы с добавками бензола, толуола, гептана и октана с целью определения времени пропуса через линию отвода

Приложение Х4

(справочное)

Анализ диизопропаноламина (ДИПА; CAS № 110 - 97- 4)

Х4.1 Данное приложение добавлено к методике анализа в качестве руководства по проведению анализа ДИПА (CAS № 110-97-4, установленный Химической реферативной службой) в LPG. См. рисунок. Х4.1.

Х4.2 Для данного анализа во избежание адсорбции амина на плавленном кварце применяются колонки с неподвижной фазой с аминной прививкой или металлические колонки. Колонки, успешно использовавшиеся для данного применения: RTX- аминная колонка (30 м на 0,32 мм на 1,0 мкм) или колонка МТХ-5 (30 м на 0,32 мм на 1,0 мкм). Обе колонки могут быть предоставлены Restek⁵.

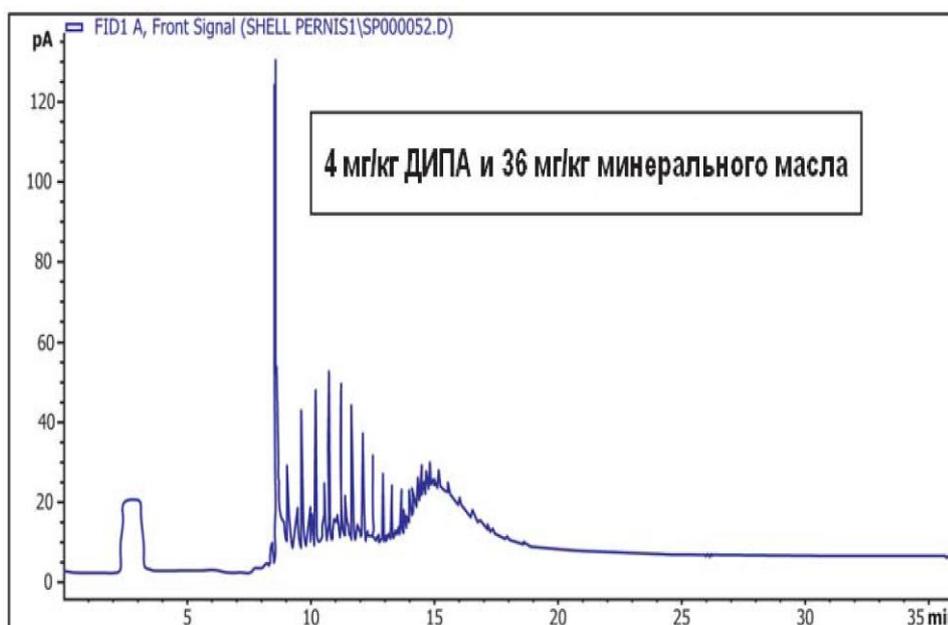


Рисунок Х4.1 — Хроматограмма 1 для 4 мг/кг ДИПА и 36 мг/кг минерального масла

Х4.3 Стандартные условия, кроме типа колонок, приведены в таблице 1.

Х4.4 Калибровку выполняют в соответствии с методикой, описанной в разделе 10.

Х4.5 Суммарный остаток может быть рассчитан путем сложения отдельных пиков, полученных на площади неразложившегося минерального масла в диапазоне от C₁₀ до C₄₀. Суммарная концентрация ДИПА определяется путем интегрирования пика ДИПА.

⁵ На данный момент, единственным источником поставки прибора, известный комитету, является Restek Corporation, 110 Benner Circle, Bellefonte, PA 16823, www.Restek.com. Если вам известны другие поставщики данного продукта, сообщите, пожалуйста, о них в международный штаб ASTM. Ваши предложения будут внимательно рассмотрены на собрании исполнительного технического комитета¹, который вы можете посетить.

Приложение X5
(справочное)**Проверка линейности FID**

X5.1 Для выполнения проверки линейности в диапазоне ожидаемого остатка пробы, рекомендуется подготовить ряд стандартных образцов, содержащих ожидаемое значение, анализ которых следует провести после установки или капитального ремонта прибора.

X5.1.1 Подготавливают стандартный образец минерального масла или масла, характерного для данной площадки, который необходимо взвесить с точностью до мг и растворить в пентане со степенью чистоты, соответствующей установленным требованиям. Определяют количество взвешенной пробы и объем растворителя, чтобы получить остаток в концентрации, в два раза превышающей ожидаемую концентрацию анализируемых штатных проб.

X5.1.2 Растворяют приготовленный по X5.1.1 стандартный образец в соотношении 1:1 (об./об.) в растворителе (пентан со степенью чистоты, соответствующей стандарту АОХ или выше, либо сертифицированный LPG), чтобы получить приблизительное значение ожидаемой концентрации осадка в анализируемой штатной пробе.

X5.1.3 Подготавливают следующий стандартный образец, в котором концентрация осадка составит примерно 1/2 ожидаемой концентрации осадка в анализируемой штатной пробе, растворив стандартный образец по X5.1.1 в соотношении 1:3 (об./об.) в растворителе (пентан со степенью чистоты, соответствующей стандарту ACS или выше, либо сертифицированный LPG).

Примечание X5.1 — Пользователь может подготовить стандартные образцы с другими концентрациями остатка, чтобы проверить линейность в исследуемом диапазоне.

X5.1.4 Выполняют анализ не менее трех описанных выше стандартных образцов, как описано в разделе 11.

X5.1.5 Интегрируют хроматограмму остатка и суммировать площадь в диапазоне от C₁₀ до C₄₀.

X5.1.6 Составляют график зависимости площади от номинальной концентрации, мг/кг (млн⁻¹). График должен иметь форму прямой линии с постоянным наклоном.

Коэффициент корреляции множественной регрессии (R²) должен быть 0,99 или выше.

X5.1.7 Любое отклонение от линейности указывает на нелинейные характеристики применяемой установки.

X5.1.8 Нелинейность характеристик может быть вызвана недостаточным контролем вводимого объема (проверить форму пика) или детектора (проверить по руководству изготовителя правильность FID настройки). Вносят корректировку и повторяют.

Приложение X6
(справочное)

Анализ тяжелых остатков и загрязняющих веществ, при температуре кипения выше C₄₀ в LPG

X6.1 В данном приложении указано руководство по выполнению анализа методом фингерпринта с точкой кипения >C₄₀ до примерно C₆₀. См. рисунки X6.1, X6.2 и таблицу X6.1.

X6.2 Настоящий анализ требует, чтобы колонка была нагрета до 360 °С, как минимум. Колонка относится к типу Ultimetel MXT-5 30 м (3 м предколонка и 27 м аналитическая колонка) на 0,32 мм на 1,0 нм, максимальная температура 360 °С, которая может также использоваться для анализа остатка от C₁₀ до C₄₀. Настоящая колонка доступна в Restek.⁵ Для анализа остатка от C₄₀ до C₆₀ используют тот же метод, что и для анализа остатка от C₁₀ до C₄₀, за исключением итоговой температуры термостата и времени удерживания, конечной входной температуры и температуры FID. Конечную температуру термостата устанавливают на 360 °С, а время удерживания 62,2 минуты. Конечную температуру термостата устанавливают на 360 °С, удерживают до конца программы термостата. Температуру FID устанавливают на 365 °С. Для определения времени удерживания C₁₀, C₄₀ и C₆₀ можно использовать смесь *n*-алканов, содержащую данные компоненты, растворенные в пентане.

X6.3 В нестандартном случае, когда образуются остатки с точкой кипения выше *n*-C₄₀, количество остатков также измеряется с использованием метода испытаний ASTM D2158.

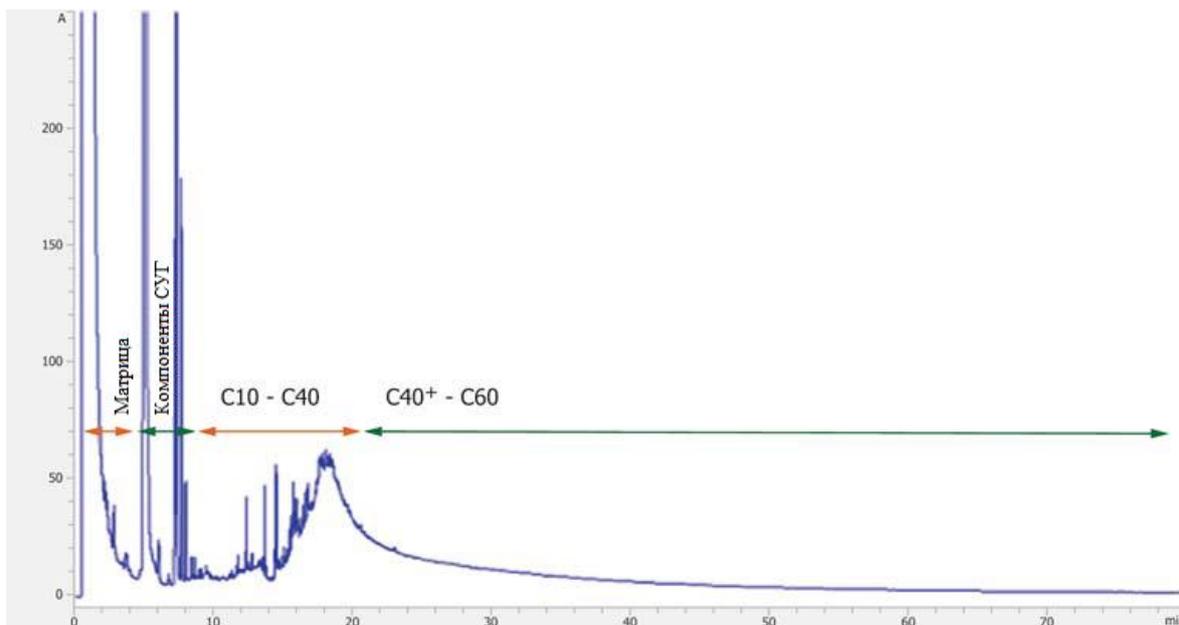


Рисунок X6.1 — Хроматограмма густой смазки:

Термостат 40 °С в течении 5 мин; от 40 до 360 °С при 25 °С/мин; 360 °С для 62,2 мин

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

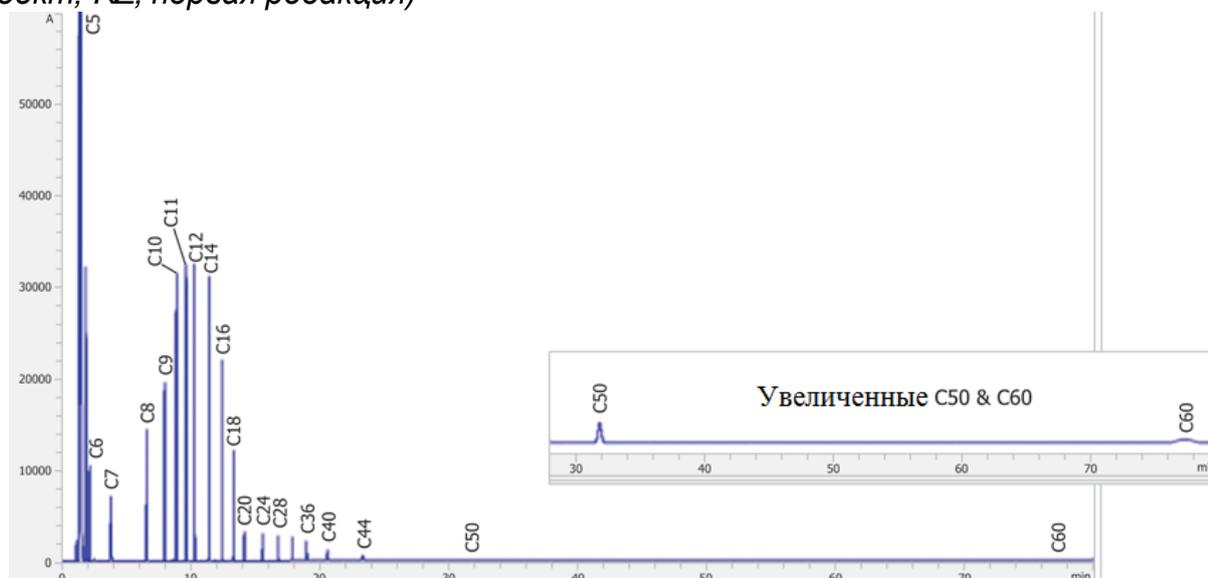


Рисунок X6.2 — Хроматограмма *n*-алканового стандарта для определения времени удерживания C₁₀, C₄₀ и C₆₀:

Термостат 40 °С в течении 5 мин; от 40 до 360 °С при 25 °С/мин; 360 °С на 62,2 мин

Таблица X6.1 Типичные рабочие условия для хроматографического анализа остатков ниже C₄₀ методом фингерпринта

Программа термостата	40 °С в течение 5 мин 40 °С – 360 °С при 25 °С/мин 360 °С в течение 62,2 мин
Программа ввода пробы	Тип: холодный ввод непосредственно в колонку Температура: 55 – 360 °С в течение 5 мин 55 - 360 °С при 25 °С/мин 360 °С до конца анализа
Настройки детектора	Расход воздуха: 400 мл/мин Расход водорода: 40 мл/мин Расход добавляемого газа: 45 мл/мин Температура: 350 °С Скорость передачи данных: 20 Гц
Колонка	Предколонка: Sulfinert ^A капилляр из нержавеющей стали с внутренним диаметром 0,53 мм и длиной 5 м Удерживающая предколонка: Ultimetel MXT-5: 3 м, 0,53 мм, 1,0 мкм Аналитическая колонка: Ultimetel MXT-5: 27 м, 0,53 мм, 1,0 мкм
Установка подачи давления	Поток пробы: 2 мл/мин Давление азота: 2500 кПа Давление продувки азотом: 500 кПа/2500 кПа
Инжектор сжиженного газа	Ввод: 50 мс
^A Sulfinert является торговой маркой SilcoTek, 112 Benner Circle, Bellefonte, PA 16823, www.SilcoTek.com	

Приложение Д
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица Д.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D1265 Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method (Стандартная методика отбора проб сжиженных углеводородных газов (СУГ), ручной метод).	—	*
ASTM D1835 Specification for Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартная спецификация на сжиженные углеводородные газы (СУГ)).	—	*
ASTM D2158-16ae1 Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартный метод определения содержания остатков в сжиженных углеводородных газах (LPG)).	—	*
ASTM D2163 Test Method for Analysis of Liquefied Petroleum (LP) Gases and Propene Concentrates by Gas Chromatography (Стандартный метод определения содержания углеводородов в сжиженных углеводородных газах и смесях пропан/пропилена с помощью газовой хроматографии).		ГОСТ ASTM D2163 Газы нефтяные сжиженные. Метод определения углеводородного состава с помощью газовой хроматографии*
ASTM D2421 Practice for Interconversion of Analysis of C5 and Lighter Hydrocarbons to Gas-Volume, Liquid-Volume, or Mass Basis (Стандартная методика по взаимному преобразованию результатов анализа C ₅ и более легких углеводородов на газо-объемную, жидкостно-объемную или массовую основу).		*

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

* подлежит публикации		
-----------------------	--	--

ГОСТ*(проект, КЗ, первая редакция)**Продолжение таблицы Д.А1*

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM D2598 Practice for Calculation of Certain Physical Properties of Liquefied Petroleum (LP) Gases from Compositional Analysis (Методика расчета определенных физических свойств сжиженных углеводородных газов методом анализа состава вещества).	-	*
ASTM D3700 Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder (Стандартная практика получения проб сжиженного углеводородного газа с использованием цилиндра с плавающим поршнем).	-	*
ASTM D6299 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Методика применения статистических методов обеспечения качества и методов контрольных карт для оценки рабочих характеристик системы аналитических измерений).	-	*
ASTM D6300 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Методика определения точности и погрешности для использования в методике испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов).	-	*

Окончание таблицы Д.А 1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM D6667 Test Method for Determination of Total Volatile Sulfur in Gaseous Hydrocarbons and Liquefied Petroleum Gases by Ultraviolet Fluorescence (Стандартный метод определения общего содержания летучей серы в газообразных углеводородах и сжиженных нефтяных (попутных) газах с помощью ультрафиолетовой флуоресценции).	-	*
ASTM E355 Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships (Руководство по терминам и определениям газовой хроматографии).	-	*
ASTM E594 Practice for Testing Flame Ionization Detectors Used in Gas or Supercritical Fluid Chromatography (Руководство по испытанию пламенно-ионизационных детекторов, используемых в газовой хроматографии).	-	*
<p>*Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.</p> <p>Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов.</p> <ul style="list-style-type: none"> - IDT – идентичные стандарты -NEQ – неэквивалентные стандарты 		

ГОСТ

(проект, КЗ, первая редакция)

УДК 665.723/.725:543.544.3:543.053:006.354

МКС 75.160.30

Ключевые слова: загрязняющие вещества, газовая хроматография, сжиженные углеводородные газы, LPG, минеральное масло, масляный остаток, остаток

РАЗРАБОТЧИК

ТОО «Стройинжиниринг Астана»

Директор

Габдулбариева А.Е.

Руководитель разработки

Калинич Е.А.

Главный инженер проекта

Бозтаева Л.А.