



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ

**Определение интервала кипения бензина и
фракций бензина методом газовой хроматографии**

СТ РК АСТМ Д 3710-2011

(ASTM D 3710 - 95, IDT)

Издание официальное

Данный государственный стандарт КазИнСт основан на ASTM D3710-2004 « Standard test method for boiling range distribution of gasoline and gasoline fractions by gas chromatography », авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Пересиздается с разрешением ASTM Интернешнел

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Товариществом с ограниченной ответственностью «Sonar Consulting and Trading Company Ltd»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 11 ноября 2011г. № 605-од.

3 Настоящий стандарт идентичен Американскому национальному стандарту ASTM D 3710 – 95 (2009) Standard test method for boiling range distribution of gasoline and gasoline fractions by gas chromatography (Стандартный метод определения интервала кипения бензина и бензиновых фракций методом газовой хроматографии).

Американский национальный стандарт разработан Комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, а непосредственную ответственность за него несет подкомитет D02.04 по методам хроматографического распределения.

Перевод с английского языка (en).

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные стандарты и документы актуализированы.

Степень соответствия – идентичная (IDT).

Официальный экземпляр Американского национального стандарта ASTM D 3710-95(2009), на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеется в Государственном фонде технических регламентов и стандартов.

4 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-П

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ

2018 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ

5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом указателе «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты Республики Казахстан». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты Республики Казахстан»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	2
4	Краткое изложение метода испытаний	2
5	Значение и использование	2
6	Оборудование	3
7	Реактивы и материалы	6
8	Эксплуатационные параметры системы	7
9	Отбор проб	10
10	Процедура	10
11	Расчет	13
12	Протокол	17
13	Точность и погрешность	17
Приложение А (обязательное) Расчет и прогноз		22

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ**Определение интервала кипения бензина и
фракций бензина методом газовой хроматографии**

Дата введения 2013-01-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на определение температурных интервалов кипения бензина и компонентов бензина. Настоящий стандарт применяется к нефтепродуктам и фракциям с конечной точкой кипения 260 °С или ниже в соответствии с измерениями, изложенными в настоящем стандарте.

1.2 Настоящий метод предназначен для измерения полного интервала кипения бензина и бензиновых компонентов, имеющих высокое или низкое давление насыщенного пара по Рейду, и обычно называется газохроматографической (GC) разгонкой (GCD).

1.3 Достоверность настоящего метода испытаний не подтверждена для бензинов, содержащих кислородосодержащие соединения (например, спирты или сложные эфиры).

1.4 Значения, указываемые в системе СИ, считаются стандартными. Значения, данные в скобках, являются математическими преобразованиями в единицы измерений системы дюйм-фунт, которые приведены только для информации и не считаются стандартными.

1.5 Настоящий стандарт не предназначен для рассмотрения проблем безопасности, связанных с его применением, при наличии таковых. Ответственностью пользователя настоящего стандарта является установление соответствующих правил безопасности и мер по охране здоровья, а также определение применимости законодательных ограничений перед применением настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

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

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ASTM D 86 – 11a* Standard test method for distillation of petroleum products at atmospheric pressure (Стандартный метод перегонки нефтепродуктов при атмосферном давлении).

ASTM D 323 – 08† Standard test method for vapor pressure of petroleum products (Reid method) (Стандартный метод определения упругости паров в нефтепродуктах (Метод Рейда)).

Издание официальное

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.

† Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.

СТ РК АСТМ Д 3710-2011

ASTM D 1265 – 05* Standard practice for sampling liquefied petroleum (LP) gases, (manual method) (Стандартная методика отбора проб сжиженных нефтяных газов (СНГ), ручной метод).

ASTM D 4057 – 06 (2011)* Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Стандартная инструкция по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. 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 применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Конечная точка кипения, FBP: Точка, при которой получают единицу суммарного объема, равного 99,5 % общего объема, при хроматографии.

3.2 Исходная точка кипения, IBP: Точка, при которой достигается единица суммарного объема, равного 0,5 % общего объема, при хроматографии.

3.3 Относительный молярный коэффициент чувствительности детектора: измеренная площадь соединения, разделенная на присутствующие в синтетической смеси моли, относительно произвольно выбранного компонента.

3.4 Коэффициент чувствительности детектора: Константа пропорциональности, конвертирующая площадь в объем жидкости.

3.5 Системный шум: Разница между максимальным и минимальным замерами площади в секунду для первых 20 замеров площади при холостом испытании.

3.6 Единица объема: Площадь продукта при пиковом коэффициенте и коэффициенте чувствительности детектора.

4 Краткое изложение метода испытаний

4.1 Образец вводится в газохроматографическую колонку, которая отделяет углеводороды по последовательности точек кипения. Выбираются подходящие условия для измерения изопентана и более легких насыщенных углеводородов по отдельности. Обычный пентан и более тяжелые соединения не полностью распадаются и измеряются как псевдо-компоненты узкого диапазона кипения. Температура колонки поднимается с воспроизводимой скоростью, площадь, подвергаясь хроматографии, записывается в течение перегонки (испытания). Температуры кипения назначаются ось времени на градуировочной кривой, полученной при тех же условиях путем прогона известной смеси углеводородов, распространяющихся на интервал кипения, ожидаемый в образце. От этих данных получают распределение интервала кипения образца.

5 Значение и использование

5.1 Определение температурного интервала кипения бензина по методу газохроматографической разгонки (метод GCD) обеспечивает представление о составе компонентов, из которых была составлена смесь бензина. Такое представление также обеспечивает данные, необходимые для расчета давления паров бензина, которое

традиционно рассчитывалось по методу испытаний, изложенному в ASTM D 323. Кроме того, с помощью данных метода GCD можно предсказать кривую разгона по методу испытаний, изложенному в ASTM D 86. См. Приложение А.

5.2 Метод GCD облегчает интерактивное управление (онлайн) при переработке в нефтеперегонном заводе, а его результаты предоставляют улучшенные средства описания нескольких параметров характеристик автомобиля. Среди этих параметров:

- 1) показатель запуска автомобиля;
- 2) показатель паровой пробки или соотношение пара-жидкости;
- 3) показатель прогрева.

Показатель запуска автомобиля и показатель паровой пробки считаются как наиболее подвергаемые переднему концу кривой дистилляции (разгона) по ASTM D 86 (вплоть до 93 °C (200 °F)). Показатель прогрева подвергается влиянию среднего и, в меньшей степени, конечной части кривой по ASTM D 86, то есть температура, соответствующая от 50 % до 90 % отклонению от расчетной траектории диапазона. Поскольку распределение интервала кипения обеспечивает базовую информацию о составе, можно разработать улучшенное выражение вышеприведенных параметров динамики, даже в тех случаях, когда кривая определения интервала кипения не равномерна.

6 Оборудование

6.1 Хроматограф

Может применяться любой газовый хроматограф, соответствующий рабочим требованиям Раздела 8. Начинают работу с ним согласно инструкциям производителя. Типовые рабочие условия представлены в Таблице 1.

6.1.1 Детектор

Можно использовать теплокондуктометрический (TCD) или пламенно-ионизационный детектор (FID). Устойчивость детектора должна соответствовать требованиям к чувствительности и смещению базовой линии, указанные в Разделе 8. Детектор должен также работать непрерывно при температуре, эквивалентной максимальной задействованной температуре колонки, и он должен быть соединен с колонкой таким образом, чтобы не допустить холодных пятен.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Необходимо следить за тем, чтобы выбранный размер образца не позволил определенным пикам превысить линейный диапазон детектора. Это особенно критично для пламенно-ионизационных детекторов. Для теплокондуктометрических детекторов, как правило, удовлетворительным считается размер образца от 1 мкл до 5 мкл. Для пламенно-ионизационных детекторов размер образца не должен превышать 1 мкл.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Нежелательно работать с детектором при температурах значительно выше, чем задействованная максимальная температура колонки. Работа при высоких температурах обычно лишь укорачивает срок службы детектора и способствует более высоким уровням шума и большому заносу.

6.1.2 Программное устройство температуры колонки

Хроматограф должен иметь возможность программировать диапазон температур, достаточный для установления времени удерживания не менее 15 с для пропана, а также допускать элюирование всего образца в пределах разумного периода времени. Может потребоваться способность работать при температуре ниже, чем в окружающей среде. Скорость программирования должна быть достаточно воспроизводимой для соответствия требованиям 8.7.

ПРИМЕЧАНИЕ Если колонка работает при температуре ниже, чем в окружающей среде, следует избегать чрезмерно низкой начальной температуры колонки, что обеспечит сохранение неподвижной фазы жидкой. Начальная температура колонки должна быть низкой лишь настолько, чтобы получить градуировочную кривую, соответствующую требованиям настоящего стандарта.

Таблица 1 – Газохроматографическая колонка и условия

Условия (параметры)	Значение параметров				
Колонка: Жидкая фаза, материал вес % Твердый носитель, материал размер сетки Длина, м (фут) Внешний диаметр, мм (дюйм)	UCW-982	Supelco2100	UCW-98	OV-101	UCW-98
	10	20	10	10	10
	Хромосорб Р	Хромосорб W	Хромосорб G	Хромосорб Р	Supelcoport
	80/100	80/100	60/80	60/80	80/100
	0,5 (1,5)	1,5 (5,0)	0,9 (3,0)	1,2 (4,0)	1,5 (5,0)
	6,4 (1/4)	3,2 (1/5)	6,4 (1/4)	3,2 (1/8)	3,2 (1/8)
Температуры: Начальная t° колонки, °C Конечная t° колонки, °C t° детектора, °C t° площади впрыскивания, °C	минус 30	40	минус 20	0	0
	250	250	200	250	230
	250	250	345	250	250
	250	300	345	250	230
Рабочие переменные: Скорость программы, °C/мин Газ-носитель Скорость потока, см ³ /мин Размер пробы, мкл Напряжение детектора (или мА)	10.6	16	10	15	16
	Гелий	Гелий	Гелий	Гелий	Гелий
	50	30	60	29	30
	3	2	3	2	1
	150 мА	160 мА	135 мА	...	175 мА
Прибор: Тип детектора Система отбора проб Метод измерения площади Временных срезов в секунду	ТС	ТС	ТС	ТС	ТС
	автом. шприц	шприц	шприц	клапан	клапан
	объединенный аналогово- цифровой	объединенный аналогово- цифровой	объединенный аналогово- цифровой	временной срез	временной срез
	2	1/2	5	5	1/2

6.1.3 Система впуска образца

Система впуска образца должна работать непрерывно при температуре, эквивалентной максимальной задействованной температуре колонки, либо обеспечивать ввод образца непосредственно в колонку с помощью определенных программных средств всей колонки, включая точку ввода образца, до максимальной требуемой температуры. Система впуска образца должна соединяться с хроматографической колонкой так, чтобы избежать холодных пятен.

6.1.4 Контроллеры (регуляторы) потока

Хроматографы должны быть оснащены контроллерами постоянного потока, которые смогут поддерживать постоянство потока газа-носителя до $\pm 1\%$ в пределах полного рабочего диапазона температур.

6.2 Введение образца

Образец должен вводиться либо посредством клапана постоянного объема жидкого образца либо путем впрыскивания микрошприцем через резиновую прокладку инжектора. При впрыскивании образца вручную, охлаждают шприц до температуры между 0 °C и 4 °C (32 °F и 40 °F) перед отбором образца из пробирки.

ПРИМЕЧАНИЕ Можно использовать автоматические устройства для отбора жидких проб или другие пробоотборочные средства, такие как запечатанные ампулы с резиновой крышкой, при условии

отсутствия потерь легких фракций. Система должна работать при температуре, достаточно высокой для полного выпаривания углеводородов с точкой атмосферного кипения в 500 °F (260 °C), и пробоотборочная система должна соединяться с хроматографической колонкой так, чтобы не допустить холодных пятен.

6.3 Регистратор

Может использоваться записывающий потенциометр или его эквивалент с полным временем отклика в 2 с или меньше.

6.4 Колонка

Может использоваться любая колонка и среда, при условии, что отделение происходит по последовательности точек кипения и колонка отвечает рабочим требованиям Раздела 8. См. в Таблице 1 успешно использованные колонки и условия. Устойчивая базовая линия является критическим требованием настоящего стандарта, поэтому необходимо обеспечить защиту от утечки колонки. Этого можно достичь использованием подходящих друг другу двойных колонок и детекторов. Данная процедура успешна лишь в малой степени. Немного более удовлетворительная процедура состоит в том, чтобы записать площадь утечки колонки во время холостого прогона и вычесть эту площадь из последующих прогонов образца, как описано в 11.1.

6.4.1 Подготовка колонки

Может использоваться любой удовлетворительный метод, применяемый в практике, который обеспечит соответствие колонки требованиям Раздела 8. Колонка должна кондиционироваться при максимальной рабочей температуре для уменьшения основных смещений вследствие утечки основы (подложки) колонки.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Можно очень быстро и эффективно кондиционировать колонку, следуя такой процедуре:

- 1) отсоединяют колонку от детектора;
- 2) тщательно промывают колонку при температуре окружающей среды газом-носителем;
- 3) отключают газ-носитель и позволяют колонке полностью разгерметизироваться;
- 4) поднимают температуру колонки до максимальной рабочей температуры и сохраняют эту температуру в течение, по меньшей мере, 1 ч, при этом в колонке не должно быть потока;
- 5) охлаждают колонку до не менее 100 °C, прежде чем вновь включить газ-носитель;
- 6) программируют температуру колонки до максимума несколько раз обычным потоком газа-носителя. Далее колонка должна быть готова к применению.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Альтернативный метод кондиционирования колонки, доказавший свою эффективность для колонок с начальной нагрузкой в 10 % жидкой фазы, состоит в промывании колонки газом-носителем при обычной скорости потока с одновременным поддержанием максимальной рабочей температуры колонки в течение от 12 ч до 16 ч.

6.5 Интегратор

Должны быть предусмотрены средства для определения суммарной площади при хроматограмме. Это выполняется посредством компьютера, либо автоматическая операция может быть получена при помощи электронной интеграции. Используется таймерное устройство для регистрации суммарной площади в заданные интервалы времени. Такая же основа для измерения времени должна использоваться для определения времени удержания при градуировке, холостом испытании и испытании образца. Если применяется электронный интегратор, измерение максимальной площади должно быть в пределах линейного диапазона интегратора.

6.6 Контейнеры с образцами

Пресс-цилиндры или пробирки с резиновой прокладкой следует предусмотреть для градуировочной смеси и образцов во избежание потерь легких фракций.

6.7 Система

Любая удовлетворительная комбинация вышеперечисленных компонентов, которая будет соответствовать эксплуатационным требованиям Раздела 8.

7 Реактивы и материалы

7.1 Градуировочная смесь

Синтетическая смесь чистых жидких углеводородов известной точки кипения, охватывающая интервал кипения образца. По меньшей мере, одно соединение в смеси должно иметь точку кипения, равную, или ниже, точки начала кипения образца, а одно соединение должно иметь время удержания большее, чем любой компонент в образце. Концентрация всех соединений тяжелее *n*-бутана должна быть известна в пределах 0,1 %. Синтетическое соединение, приведенное в Таблице 1 должно использоваться для анализа бензина. Соединения, необходимые для оценки эксплуатационных характеристик системы отмечены в Таблице 2.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если образец содержит значительные количества соединений, которые могут быть идентифицированы на хроматограмме, эти пики могут использоваться в качестве внутренних градуировок точек кипения.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Для удобства можно использовать две градуировочные смеси. Одна, содержащая известные концентрации изопентана и тяжелых соединений, может применяться для определения коэффициентов чувствительности детектора, чувствительности и повторяемости концентраций. Другая будет содержать полный интервал кипения соединений, включая пропан, бутан и изобутан, концентрации которых известны лишь приблизительно. Она будет применяться для измерения распада, асимметрии, повторяемости времени удержания, полярности и взаимосвязи времени удержания/точки кипения.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Если образец содержит более 5 % бензола, то 2,4 диметилпентан должен быть заменен бензолом в градуировочной смеси. (Предупреждение. Бензол содержит ядовитые и канцерогенные вещества, вреден и смертелен при попадании внутрь).

7.2 Газ-носитель

Гелий или водород для использования с теплокондуктометрическими детекторами. Азот, аргон или гелий для использования с пламенно-ионизационными детекторами.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Предупреждение. Гелий, азот и аргон являются сжатыми газами под высоким давлением.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Предупреждение. Водород является чрезвычайно легковоспламеняющимся газом под высоким давлением.

7.3 Жидкая фаза для колонок.

ПРИМЕЧАНИЕ Следующие материалы были успешно использованы в качестве жидких фаз:

- кремниевая ненаполненная резина GE-SE-30¹⁾;
- кремниевая ненаполненная резина OV-1²⁾;
- кремниевая ненаполненная резина OV-101²⁾;
- кремниевая ненаполненная резина Supelco 2100³⁾;
- кремниевая ненаполненная резина UC-W98⁴⁾.

¹⁾ Зарегистрированный торговый знак компании General Electric Co.

²⁾ Зарегистрированный торговый знак компании Ohio Valley Specialty Chemical Co.

³⁾ Зарегистрированный торговый знак компании Supelco, Inc.

⁴⁾ Зарегистрированный торговый знак компании Union Carbide Co.

Таблица 2 – Градуировочная смесь

Номер пика	Обозначение соединения	NBP, °F	Относительная плотность, ^A 60/60 °F	Приблизительный объем, %	Типовые коэффициенты чувствительности теплокондуктометрического детектора
1 ^B	nC ₃	-44	0,5077	1	1,15
2 ^B	isoC ₄	11	0,5631	3	1,14
3 ^B	nC ₄	31	0,5844	10	1,07
4 ^B	isoC ₅	82	0,6248	9	1,08
5	nC ₅	97	0,6312	7	1,03
6	2-MeC ₅	140	0,6579	5	1,03
7 ^C	nC ₆	156	0,6640	5	1,01
8 ^D	2,4-DiMeC ₅	177	0,6772	5	1,07
9	nC ₇	209	0,6882	9	1,00
10 ^C	Toluene	231	0,8719	10	0,89
11	nC ₈	258	0,7068	5	0,98
12 ^C	p-Xylene	281	0,8657	12	0,90
13 ^C	n-Propylbenzene	319	0,8666	4	0,94
14	nC ₁₀	345	0,7341	3	0,99
15 ^C	n-Butylbenzene	362	0,8646	3	0,93
16 ^C	nC ₁₂	421	0,7526	3	1,00
17 ^C	nC ₁₃	456	0,7601	2	1,02
18	nC ₁₄	486	0,7667	2	1,04
19	nC ₁₅	519	0,7721	2	1,05

^A "Избранные значения свойств углеводородов и сопутствующих соединений" проект Американского нефтяного института 44, таблица 23-2, апрель 1956

^B Необходимо, если образец содержит изопентан и легкие соединения

^C Необходимо для оценки системы

^D Заменяют 2-метилгексан (2-MeC₆) или бензол, если образец содержит более 5 % бензола.

7.4 Твердый носитель

Измельченный огнеупорный кирпич или инертная инфузорная земля, например, Хромсорб Р, G, или W¹⁾, обработанные кислотой, силанизированные диметилем. Размер сита и загрузка основы должны обеспечить оптимальное время разрешения и анализа. В целом наиболее удовлетворительными были признаны загрузка основы от 3 % до 10 %, но использовались более крупные, как показано в Таблице 1.

8 Эксплуатационные параметры системы

8.1 Разрешение колонки

Для образцов, содержащих изопентан и легкие материалы, система должна быть способна идентифицировать начало и конец изопентана и легких насыщенных соединений при их элюировании с колонки. Отдельные пики должны быть разрешены от прилегающих пиков так, чтобы высота пространства над базовой линией не превышала 5 % от высоты меньшего пика, прилегающего к ней. Разрешение, R, между nC₁₂ и nC₁₃ должно быть между 2 и 4, как показано на Рисунке 1, при вычислении в соответствии с Формулой (1).

$$R = 2D/(Y_1 + Y_2), \quad (1)$$

¹⁾ Зарегистрированный торговый знак компании Johns-Manville Co.

СТ РК АСТМ Д 3710-2011

где D – время между остриями (пиками) nC_{12} и nC_{13} , с;
 Y_1 – ширина пика nC_{12} , с;
 Y_2 – ширина пика nC_{13} , с.

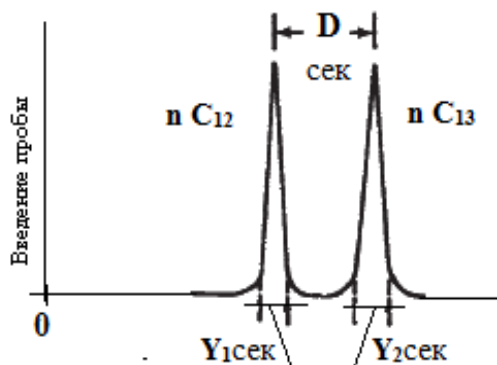


Рисунок 1 – Разрешающая способность колонки

8.2 Чувствительность и шум

Эти критерии оценивают чувствительность и шум всей системы. Из первых 20 показаний или временных интервалов холостого прогона рассчитывают шум как разницу между максимальным показанием площади в секунду и минимальным показанием в секунду. Из измерений на градуировочной смеси рассчитывают соотношение сигнала/шума (СШ) по Формуле (2).

$$\text{СШ} = A/(N \times S), \quad (2)$$

где A – общая площадь пика гексана;
 N – шум;
 S – ширина пика гексана в с.

Эта величина не должна быть меньше, чем 10 на каждый 0,05 % по объему гексана в градуировочной смеси, например, 200 для 1 %. Если шум невозможно обнаружить, принимают шум за 1 единицу счета в секунду.

8.3 Смещение

При холостом прогоне рассчитывают, по следующей процедуре испытания, общую площадь, замеренную с начала и до конца прогона. Регулируют оборудование, чтобы все измерения можно было прочесть независимо от того, положительные они или отрицательные. На некоторых видах приборов, например, интеграторах, показатели должны быть положительными и увеличиваться в значении. Получают абсолютную разницу между средней площадью показателей в первых пяти временных интервалах и отдельных показателей в каждом временном интервале от начала холостого прогона и до его завершения. Суммируют эти разницы для получения общей площади холостого прогона. Общая площадь измерений при холостом прогоне не должна превышать 2,0 % общей площади измерений градуировочной смеси.

8.4 Асимметрия пиков (временной сдвиг)

Вычисляют соотношение A/B на пиках в градуировочной смеси как показано на Рисунке 2. A является шириной в секундах части пика, находящейся до времени пика при 5 % высоты пика, а B равняется ширине в секундах части пика, находящейся после

времени пика при 5 % высоты пика. Их соотношение не должно быть меньше 0,5 и больше 2,0.

ПРИМЕЧАНИЕ Соотношение больше 2,0 является следствием перегрузки колонки. Это можно исправить посредством уменьшения размера образца, увеличения нагрузки жидкой фазы на насадке колонки или выбора колонки с большим диаметром. Соотношение меньше 0,5 указывает на образование хвостов, перегружающих детектор, или на потерю жидкой основы. Колонку следует заменить, когда образование хвостов становится чрезмерным. Форма пика может искажаться вследствие комбинации этих причин.

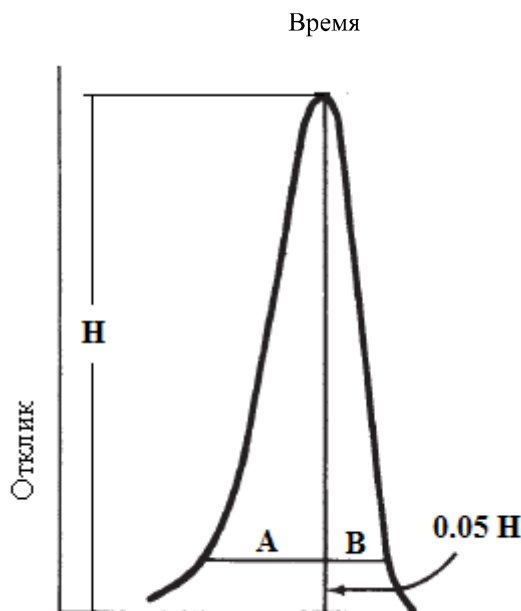


Рисунок 2 – Асимметрия пика

8.5 Время удержания

Система должна соответствовать требованиям воспроизводимости при испытании градуировочной смеси в целях получения максимальной повторяемости времени удержания пика (максимальной разницы между повторными результатами) в 3 с для изопентана и более легких соединений, при их наличии. Максимальная разница между повторными результатами времени удержания нормального пентана и тяжелых соединений не должна превышать время, эквивалентное 3 °C (2 °F). Кроме того, время удержания острого первого пика в градуировочной смеси должно быть не менее 15 с.

8.6 Полярность

Рассчитывают указанную в 10.2.2 взаимосвязь точки кипения со временем удержания, используя только *n*-парафины. С помощью наблюдаемого времени удержания ароматических соединений рассчитывают их условные точки кипения. Сравнивают условные точки кипения ароматических соединений с их известными точками кипения. Условная точка кипения ароматических соединений не должна отклоняться более чем на 6 °C (10 °F) от линейности или стандартных парафинов в градуировочной смеси.

8.7 Измерение площади

Площадь может измеряться электронным интегратором или аналогово-цифровым преобразователем совместно с компьютером. По ходу прогона количество элюированного из колонки материала измеряется от нулевого времени в интервалах времени или единицах счета в установленные интервалы времени. Единицы счета подсчитываются непрерывно, а интервалы времени приравниваются эквивалентной температуре при помощи градуировочной кривой, созданной по 10.2.2. Продолжают измерение в течение

СТ РК АСТМ Д 3710-2011

2 мин после вершины последнего пика или до возврата хроматограммы к постоянной базовой линии в конце прогона. Повторные результаты последовательных прогонов по процентам площади соединений в градуировочной смеси не должны отличаться более, чем на 0,1%.

8.7.1 Интервалы времени необязательно должны быть одинаковыми на протяжении прогона. Тем не менее, необходимо, чтобы все измерения проводились на одной и той же основе для холостого испытания, градуировки и испытания образца. Интервалы не должны превышать 0,5 % от общей продолжительности прогона. В целях ускорения измерения легких фракций, размер интервалов времени для изопентана и легких соединений должен быть достаточно малым, что позволяет измерить их площади и время до максимальных пиков.

ПРИМЕЧАНИЕ Конец прогона можно определить с помощью следующего алгоритма: находят время, когда скорость обмена хроматографического сигнала становится меньше или равняется установленной величине (успешно применялись 0,05 mV/мин и 0,001 % от общей площади под хроматограммой). Затем проводят исследования в течение 1 минуты до и после этого времени. Точка, в которой количество единиц счета на интервал минимально, в этом 2-х минутном периоде времени, считается концом прогона.

8.8 Отличие от градуировочной смеси

Умножают площадь каждого пика в градуировочной смеси на коэффициент чувствительности для жидкого объема, рассчитанного по 11.2, и нормализуют объемный процент каждого соединения так, чтобы объемы всех соединений тяжелее *n*-бутана составляют в сумме до 100,0. Сравнивают объемный процент каждого соединения тяжелее *n*-бутана с известным процентом. Разница между рассчитанным и известным процентом не должна превышать 0,5.

9 Отбор проб

9.1 Отбор проб из хранения в резервуарах

9.1.1 Цилиндр

Указания по введению образцов в цилиндр из резервуара приведены в ASTM D 1256. Цилиндр должен быть герметизирован газом-носителем до давления, по меньшей мере, на 345 кПа (50 фунт на кв. дюйм) больше, чем давление паров образца.

ПРИМЕЧАНИЕ Предупреждение. Бензин чрезвычайно воспламеним. Пары вредны при вдыхании.

Если образец будет переноситься в другой сосуд, например, в пробирку с резиновой прокладкой, тогда цилиндр следует охладить до температуры между 0 °C и 4 °C (32 °F и 40 °F).

9.1.2 Открытые контейнеры

Указания по введению образцов в контейнеры открытого типа из резервуара приведены в ASTM D 4057. Охлаждают контейнер и его содержимое до температуры между 0 °C и 4 °C (32 °F и 40 °F) перед удалением из него образца.

9.2 Отбор проб из контейнеров открытого типа

Относительно переноса материала из контейнера открытого типа следует руководствоваться указаниями по ASTM D 323.

10 Процедура

10.1 Холостое (контрольное) испытание

После того, как были установлены отвечающие рабочим требованиям условия, программируют температуру колонки вверх до максимальной температуры, которая будет использоваться. Следуя стандартизированной схеме, охлаждают колонку до выбранной температуры запуска. В точное время, установленное схемой, запускают программу температуры колонки, без введения образца. Измеряют и записывают площадь в каждом

интервале времени от начала прогона до конца прогона по 8.7. Контрольное испытание проводят, по меньшей мере, ежедневно.

10.1.1 Для того, чтобы контрольное испытание считалось действительным, оно должно соответствовать требованиям смещения, установленным в 8.3. Не должно быть пиков, в которых разница в показателях площади в секунду в последовательных интервалах времени пятикратно превышала бы шум. При отсутствии шума или если шум не обнаруживается, шум принимается как 1 единица счета в секунду.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Идентификация постоянной базовой линии в конце прогона критична для данного метода испытаний. Следует уделять постоянное внимание всем факторам, влияющим на устойчивость базовой линии, например, утечки основы.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Некоторые газовые хроматографы имеют встроенный алгоритм в своем рабочем программном обеспечении, благодаря которому математическая модель профиля утечки колонки сохраняется в памяти. Этот профиль автоматически вычитается из сигнала детектора в последующих прогонах, что компенсирует утечку колонки.

10.2 Градуировка

10.2.1 Используя те же условия, что описаны в 10.1, впрыскивают градуировочную смесь в хроматограф. Регистрируют данные таким образом, чтобы были получены время удержания максимального пика и площадь пика отдельных компонентов. Как отмечено в 8.7, это можно сделать с помощью компьютера или интегратора.

ПРИМЕЧАНИЕ Если определение максимального пика и площади пика выполняется по методу временного интервала, можно использовать следующий алгоритм для проверки начала пика, конца пика и максимума пика: пик определяется как начавшийся в тот временной интервал, когда скорость обмена хроматографического сигнала превышает установленное значение (успешно использовались 0,05 мВ/мин и 0,001 %/сек). Этот критерий должен подтверждаться в течение двух последовательных интервалов времени, чтобы считаться действительным. Как только пик обнаружен, его конец определяется одним из двух критериев. Первый применим, если существует хорошее разрешение между пиками. Пик может определяться как заканчивающийся, если скорость изменения хроматографического сигнала меньше установленного значения. Второй критерий применяется, если разрешение между пиками не полное. Первый пик заканчивается, когда, после прохождения острия, площадь в интервале времени достигает минимума и начинает увеличиваться. Время удержания максимума пика, как показано на Рисунке 3, можно определить по Формуле (3),:

$$t_{\text{макс}} = t_i + (t_{i+1} - t_i) A_{i+1} / (A_{i-1} + A_{i+1}), \quad (3)$$

где $t_{\text{макс}}$ — время удержания максимального пика;

t_i — время начала интервала i ;

t_{i+1} — время начала интервала $i+1$;

A_{i+1} — площадь интервала, начинающаяся в t_{i+1} ;

A_{i-1} — площадь интервала, начинающаяся в t_{i-1} .

Для систем, в которых выходной результат выражается в других единицах, чем милливольт, можно использовать эквивалентную меру наклона.

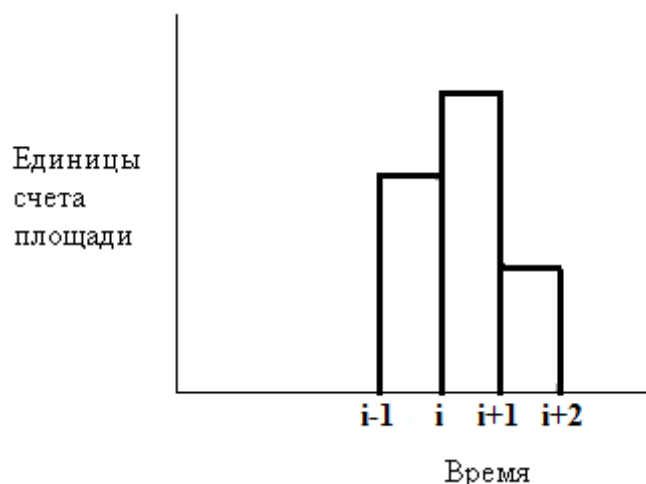


Рисунок 3 – Определение времени до максимума пика

10.2.2 Изображают время удержания максимума каждого пика по отношению к соответствующей нормальной точке кипения в градусах Цельсия (или Фаренгейта), как показано на Рисунке 4. Если известно, что образец содержит менее 5,0 % ароматических соединений, не включают ароматические соединения в градуировочную кривую времени удержания.

ПРИМЕЧАНИЕ В целях наилучшей точности градуировочная кривая должна быть линейным графиком точки кипения по отношению к времени удержания. В общем, чем ниже точка начала кипения образца, тем ниже будет начальная температура хроматографической колонки. Если начальная температура слишком высока, появится значительное искривление нижнего конца кривой, а также потеря точности в этом интервале кипения. Поскольку практически невозможно управлять колонкой так, чтобы полностью устранить искривление нижнего конца кривой, где встречаются точки начала кипения при температуре ниже окружающей среды, хотя бы одна точка на кривой должна иметь точку кипения ниже или равную точке начала кипения образца. Экстраполяция кривой в верхнем конце более точна, однако, для лучшей достоверности, градуировочные точки должны интерполировать диапазон кипения образца как в нижнем, так и верхнем концах.

10.2.3 Градуировочная кривая времени удержания точки кипения должна проверяться, по меньшей мере, ежедневно либо градуировочной смесью, либо вторичным стандартом с известной точкой кипения.

ПРИМЕЧАНИЕ Если пики в образце используются в качестве градуировочных меток точки кипения, нет необходимости прогонять градуировочную смесь. Однако может оказаться полезным для установления идентичности пиков в образце, если прогнать градуировочную смесь один раз. Более того, точность в некоторых случаях можно улучшить путем добавления к образцу *n*-парафина, выбранного так, чтобы быть полностью выведенным из образца, который послужит дополнительной градуировкой точки кипения. Изображают время удержания пиков по отношению к соответствующим точкам атмосферного кипения и получают градуировочную кривую.

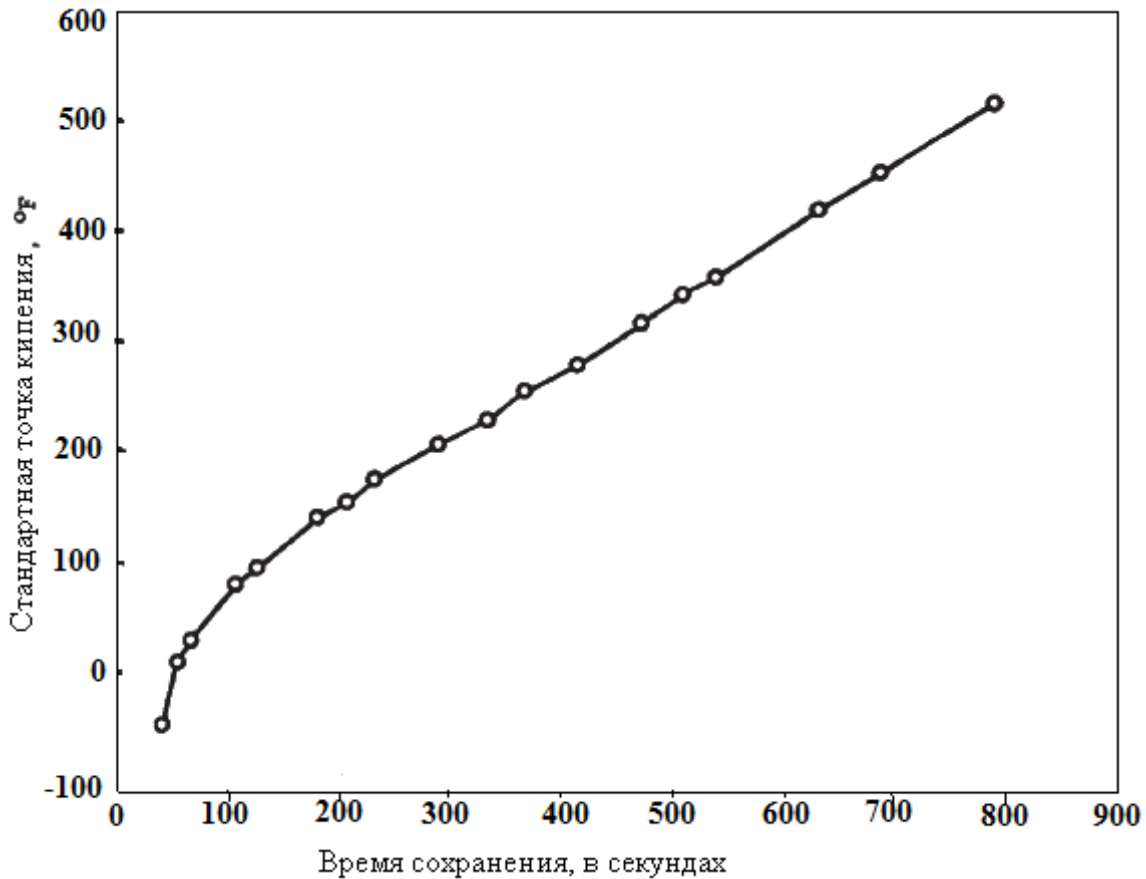


Рисунок 4 – Типовая градуировочная кривая

10.3 Отбор проб

10.3.1 Используя те же условия и временную основу, что и при контрольном испытании и градуировке, впрыскивают образец в хроматограф. Игнорируя пики после пропана (при их наличии), измеряют и записывают площадь каждого сегмента времени с интервалами времени, установленными в 8.7.

11 Расчет

11.1 Корректировка смещения

Корректировка смещения не нужна, если смещение составляет меньше 0,5 % по расчетам, выполненным по 8.3.

11.1.1 Корректируют контрольные, градуировочные и испытательные прогоны на исходный сдвиг от нуля путем вычитания из каждого интервала времени средней площади первых пяти интервалов времени в соответствующем прогоне. Опускают из среднего значения любые показатели (несовместимые пики), которые трехкратно превышают шум, определенный в 8.2.

11.1.2 Корректируют градуировку и образец на смещение путем вычитания откорректированной площади каждого сегмента времени контрольного испытания от соответствующего сегмента образца.

ПРИМЕЧАНИЕ Откорректированная площадь каждого сегмента времени рассчитывается по Формуле (4).

$$A_{Ci} = A_i - A_{Bli} - (O - O_B), \quad (4)$$

СТ РК АСТМ Д 3710-2011

где A_{Ci} – откорректированная площадь сегмента i , образца или градуировки;
 A_i – некорректированная площадь сегмента i ;
 A_{Bi} – площадь соответствующего сегмента контрольного испытания;
 O – сдвиг в прогоне образца или градуировки;
 O_B – сдвиг в контрольном испытании.

11.1.3 Альтернативная процедура корректировки на смещение и сдвиг заключается в вычитании треугольного сегмента площади, основанного на самом образце, как иллюстрировано на Рисунке 5.

ПРИМЕЧАНИЕ Для схемы, показанной на Рисунке 5, корректированная площадь для каждого сегмента времени рассчитывается по Формуле (5):

$$A_{Ci} = A_i - \left[A_o + (A_f - A_o) \left(\frac{t_i - t_o}{t_f - t_o} \right) \right] \quad (5)$$

где A_{Ci} – откорректированная площадь сегмента i , образца или градуировки;
 A_i – некорректированная площадь сегмента i ;
 A_o – средняя площадь последних пяти сегментов перед началом первого пика;
 A_f – площадь первого сегмента после конца последнего пика;
 t_i – время до сегмента i от начала прогона;
 t_o – время до последнего сегмента перед началом первого пика;
 t_f – время до первого сегмента после конца последнего сегмента.

11.1.4 В случаях, когда градуировка пико-интегрированная, а не с квантованием времени, нет необходимости применения поправки на смещение.

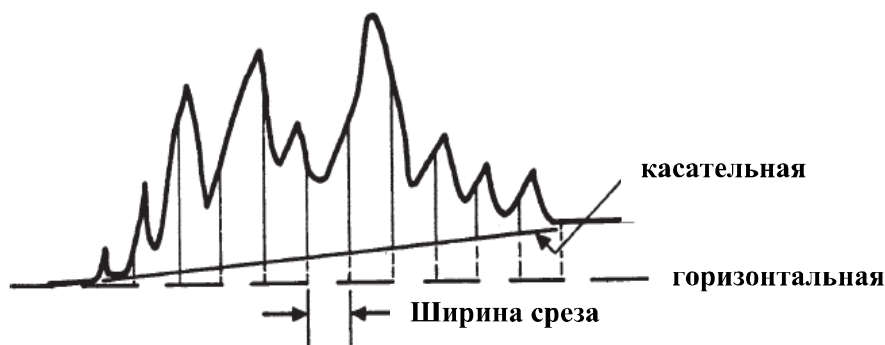


Рисунок 5 – Корректировка на смещение GCD

11.2 Коэффициенты чувствительности детектора

11.2.1 Используя откорректированные площади от градуировочного прогона и состав градуировочной смеси, рассчитывают коэффициент чувствительности детектора для nC_7 , для всех соединений iC_5 и тяжелее по Формуле (6):

$$F_i = (V_i \times A_{co}) / (V_o \times A_{ci}), \quad (6)$$

где F_i – коэффициент чувствительности детектора для соединения;
 A_{ci} – откорректированная площадь для каждого чистого соединения;
 V_i – объемный процент от градуировочной смеси;
 A_{co} – откорректированная площадь nC_7 ;
 V_o – объемный процент nC_7 в градуировочной смеси.

11.2.2 Определяют коэффициенты чувствительности детектора для пропана, изобутана и *n*-бутана следующим образом: вычисляют относительный молярный коэффициент чувствительности детектора, RMR, для каждого стандартного парафина начиная с *n*C₅ по Формуле (7).

$$RMR_i = (A_{Ci} \times m_o) / (A_{Co} \times m_i) , \quad (7)$$

где *RMR_i* – относительный молярный коэффициент чувствительности детектора для соединения;

m_i – мольный процент соединения в градуировочной смеси;

m_o – процент моля *n*C₇ в градуировочной смеси.

RMR является линейной функцией молекулярного веса¹⁾. Измеренные молярные относительные коэффициенты чувствительности детектора соответствуют линейному равенству $RMR = a MW + b$, используя метод наименьших квадратов. RMR для пропана и *n*-бутана рассчитывается с помощью получившегося уравнения. Для изобутана используется RMR, измеренный для *n*-бутана. Рассчитывают коэффициенты чувствительности детектора для этих трех компонентов по Формуле (8):

$$F_i = (MW_i \times RMR_o \times Den_o) / (MW_o \times Den_i), \quad (8)$$

где *MW_i* – молекулярный вес соединения;

MW_o – молекулярный вес *n*C₇;

RMR_i – молярный относительный коэффициент чувствительности детектора для соединения;

RMR_o – молярный относительный коэффициент чувствительности детектора для *n*C₇;

Den_i – относительная плотность соединения;

Den_o – относительная плотность *n*C₇.

Типичные коэффициенты чувствительности детектора вместе с относительными плотностями приведены в Таблице 2.

ПРИМЕЧАНИЕ Если известны концентрации пропана и бутана в градуировочной смеси, разница, отмеченная между наблюдаемым и рассчитанным коэффициентами чувствительности детектора, указывает на потерю передних-последних компонентов. При использовании свежей градуировочной смеси эта разница может указывать на проблемы отбора проб. Отклонение коэффициентов чувствительности детектора для тяжелых соединений от прямолинейной взаимосвязи может обозначать проблемы при распылении образца. Среди возможных причин – слишком низкая температура порта впрыскивания, недостаточный поток газа-носителя или отсутствие однородности при отборе проб. Эти эффекты показаны на Рисунке 6.

11.2.3 Применяют коэффициент чувствительности детектора по каждому соединению в градуировочной смеси к откорректированным площадям всех временных интервалов в образце, который подпадает между точкой (а), находящейся в центре между наблюдаемым острием этого соединения и наблюдаемым острием предыдущего соединения, и точкой (b) находящейся в центре между наблюдаемым острием этого соединения и наблюдаемым острием следующего соединения. Применяемые коэффициенты чувствительности детектора могут отличаться друг от друга в зависимости от типа образца. Для промышленных бензинов типовые коэффициенты чувствительности детектора приводятся в Таблице 2. Для составных компонентов бензина, содержащих

¹⁾ Месснер, А.Е. и другие «Корреляция отклика теплопроводности камеры с молекулярным весом и структурой», Аналитическая Химия, ANCHA, Том 31, №2, февраль 1959 года, стр. 230 – 233.

СТ РК АСТМ Д 3710-2011

небольшие количества ароматических соединений, таких как алкилаты, коэффициенты чувствительности детектора для ароматических соединений следует пропустить и применять только коэффициенты чувствительности детектора для парафина. Измеренные коэффициенты чувствительности детектора применяются до тех пор, пока не будут заменены детекторы или колонки, или пока не появятся сомнения, по тем или иным причинам, что их значения больше неприменимы.

11.3 Расчет образца

11.3.1 Для каждого сегмента времени между началом первого пика и концом последнего пика умножают площадь на подходящий коэффициент чувствительности детектора и получают число объема. Делят суммарные числа объема в конце каждого интервала на общие числа объема и умножают на 100. Это даст кумулятивный процент образца, восстанавливаемого в каждый интервал.

11.3.2 Сводят в таблицу суммарный процент объема, восстанавливаемого в каждый интервал, и время удержания в конце интервала. С помощью линейной интерполяции, при необходимости, определяют время удержания, связанное с 0,5 % и 99,5 % восстанавливаемого объема. Это будет точка начала и конца кипения, соответственно. Определяют время удержания для каждого объемного процента вне диапазона 1 - 99.

11.3.3 Для каждого объемного процента и связанного с ним времени удержания определяют соответствующую температуру по градуировочной кривой (10.2.2). Применяют линейную интерполяцию между всеми градуировочными точками.

11.3.4 Идентифицируют отдельно пропан через пики изопентана путем сравнения времени удержания каждого пика с соответствующим временем удержания в градуировочном прогоне. Следят за тем, чтобы время удержания острия пиков пропана, изобутана и бутана, а также изопентана находилось в пределах времени, эквивалентного 3 °C (5 °F) градуировочного прогона. Отмечают явное отсутствие изопентана или более легких соединений. Рассчитывают объемный процент отдельных соединений, применяя подходящий коэффициент чувствительности детектора. Включают все пики между стандартным бутаном и изопентаном с пиком стандартного бутана.

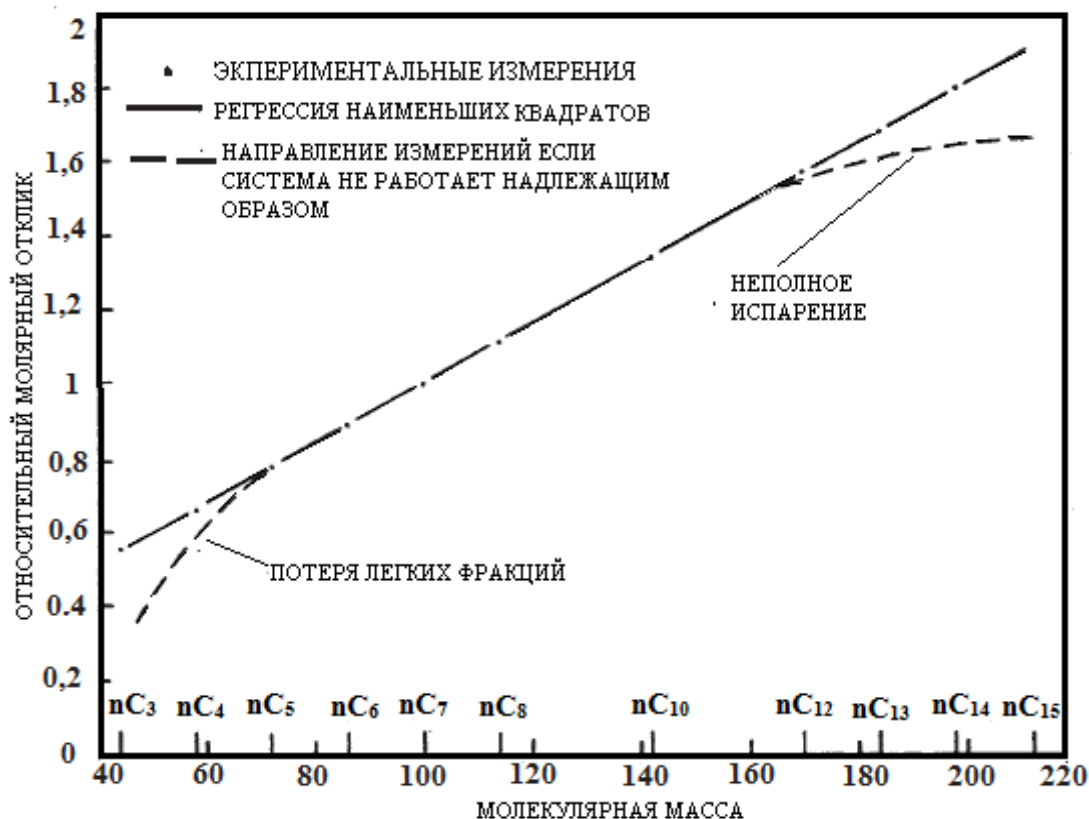


Рисунок 6 – Относительный молярный коэффициент чувствительности детектора по отношению к молекулярному весу для *n*-парафинов

12 Протокол

12.1 Записывают температуру с точностью до 0,5 °C (1 °F) при однопроцентных интервалах от 1 % до 99 % и при 0,5 % и 99,5 %. Форма протокола приводится в Таблице 3. Также могут применяться другие формы, основывающиеся на потребностях пользователя.

12.2 Записывают объемный процент изопентана и легких соединений отдельно. Это обеспечивает более абсолютную основу для описания промышленных бензинов, чем ИВР.

ПРИМЕЧАНИЕ Некоторые олефины будут измеряться бутаном и изопентаном. См. 11.3.4.

13 Точность и погрешность

13.1 Точность настоящего метода испытаний зависит от формы кривой распределения интервала кипения. Повторяемость и воспроизводимость различаются в зависимости от восстанавливаемого процента и скорости изменения температуры от восстанавливаемого процента:

$$dT/dV, \quad (9)$$

где T – температура,
 V – восстанавливаемый процент.

Кривые наклона dT/dV вычисляются из прилегающих точек к выбранным точкам восстанавливаемого процента.

ПРИМЕР Для 60 % - температуры при 58, 59, 61 и 62 %.

СТ РК АСТМ Д 3710-2011

13.2 Следующие критерии должны применяться для принятия решения о приемлемости результатов. Эти данные были получены от совместных анализов бензина с широким спектром летучих веществ.

13.2.1 Повторяемость

Разница между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях на идентичном испытательном материале, проведенных в полном соответствии с настоящим методом испытания, должны превышать приведенные в Таблице 4 значения только в одном случае из двадцати.

13.2.2 Воспроизводимость

Разница между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытательном материале, проведенных в полном соответствии с настоящим методом испытания, должны превышать приведенные в Таблице 5 значения только в одном случае из двадцати.

13.3 Погрешность

Погрешность невозможно определить, поскольку не существует приемлемого эталонного материала, пригодного для определения погрешности процедуры настоящего метода испытаний.

Таблица 3 – Формат отчета

Процент	°C (°F)	Процент	°C (°F)
0,5 (IBP)		51	
1		52	
2		53	
3		54	
4		55	
5		56	
6		57	
7		58	
8		59	
9		60	
10		61	
11		62	
12		63	
13		64	
14		65	
15		66	
16		67	
17		68	
18		69	
19		70	
20		71	
21		72	
22		73	
23		74	
24		75	
25		76	
26		77	
27		78	
28		79	
29		80	
30		81	
31		82	
32		83	
33		84	
34		85	
35		86	
36		87	
37		88	
38		89	
39		90	
40		91	
41		92	
42		93	
43		94	
44		95	
45		96	
46		97	
47		98	
48		99	
49		99,5 (FBP)	
50			
Соединение		Объемный процент	
<i>n</i> -C ₃			
iso-C ₄			
<i>n</i> -C ₄			
iso-C ₅			

Таблица 4 – Повторяемость как функция восстанавливаемого процента и dT/dV

	Повторяемость, г, °C (°F)										
Восстанавл. объемный процент dT/dV	0	1(2)	2(4)	3(6)	4(9)	6(10)	7(12)	8(14)	11(20)	17(30)	22(40)
IBP	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)
1	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	-	-	-
5	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	-	-	-
10	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	1(2)	-	-	-
20	1(2)	2(3)	2(4)	3(5)	4(7)	6(10)	-	-	-	-	-
от 30 до 90	1(2)	2(3)	2(4)	3(5)	4(7)	6(10)	8(14)	10(19)	-	-	-
95	- ^{А)}	-	1(2)	2(3)	3(5)	4(7)	6(9)	7(13)	-	-	-
99	-	-	-	-	-	-	-	3(6)	3(6)	3(6)	3(6)
FBP	-	-	-	-	-	-	-	-	3(6)	3(6)	3(6)
Концентрация											
Компонент объем, %	Повторяемость, r										
	C_3		iC_4		nC_4		iC_5				
0,10	-		0,02		-		-				
0,15	0,02		0,02		-		-				
0,20	0,02		0,03		-		-				
0,40			0,03		-		-				
0,60	-		0,04		-		-				
0,80	-		0,05		-		-				
1,00	-		0,05		-		-				
1,20	-		0,06		-		-				
1,40	-		0,07		-		-				
1,60	-		0,07		-		-				
2,00	-				0,11						
4,00	-				0,22		0,25				
6,00	-				0,32		0,28				
8,00	-				0,43		0,30				
10,00	-				0,54		0,32				
12,00	-				0,65		0,34				
14,00	-				0,76		0,36				
16,00	-				0,96		0,39				
18,00	-				-		0,41				
20,00	-				-		0,43				
22,00	-				- ^{А)}		0,45				
А) "-" вне наблюдаемого в совместном исследовании диапазона											

Таблица 5 – Воспроизводимость как функция восстанавливаемого процента и dT/dV

	Воспроизводимость, R, °C (°F)										
Восстанавл. объемный процент <i>dT/dV</i>	0	1(2)	2(4)	3(6)	4(9)	6(10)	7(12)	8(14)	11(20)	17(30)	22(40)
IBP	4(7)	4(7)	4(8)	4(8)	4(8)	4(8)	4(8)	4(8)	5(9)	6(10)	7(12)
1	3(5)	3(5)	3(5)	3(6)	3(6)	3(6)	3(6)	3(6)	-	-	-
5	3(5)	3(5)	3(5)	3(5)	3(5)	3(5)	3(5)	3(6)	-	-	-
10	3(6)	3(6)	3(6)	3(6)	3(6)	3(6)	3(7)	-	-	-	-
20	3(5)	4(7)	6(11)	9(16)	13(23)	17(30)	-	-	-	-	-
от 30 до 90	3(6)	5(9)	7(13)	11(20)	15(27)	20(36)	26(46)	31(55)	-	-	-
95	-	-	6(11)	9(16)	13(23)	17(30)	21(38)	26(46)	-	-	-
99	-	-	-	-	-	-	-	11(20)	13(24)	18(33)	20(36)
FBR	-	-	-	-	-	-	-	-	11(19)	14(26)	20(36)
Объем, %	Воспроизводимость, R							Погрешность детектора (FID-TCD)			
	C ₃	iC ₄		nC ₄		iC ₅		C ₃	iC ₄	nC ₄	iC ₅
	Детектор										
	Оба	TCD	FID	TCD	FID	TCD	FID				
0,10	-	0,10	0,09					-	0,00	-	-
0,15	0,18	0,10	0,11					0,00	0,00	-	-
0,20	0,18	0,10	0,18					0,00	0,00	-	-
0,40	-	0,12	0,20					-	-0,01	-	-
0,60	-	0,13	0,27					-	-0,03	-	-
0,80	-	0,15	0,34					-	-0,04	-	-
1,00	-	0,16	0,41					-	-0,05	-	-
1,20	-	0,18	0,48					-	-0,06	-	-
1,40	-	0,19	0,55					-	-0,07	-	-
1,60	-	0,20	0,62					-	-0,09	-	-
2,00	-	-	-	0,28	1,62			-	-	-0,33	-
4,00	-	-	-	0,57	1,91	0,79	0,29	-	-	-0,28	-0,27
6,00	-	-	-	0,85	2,19	0,98	0,48	-	-	-0,24	-0,14
8,00	-	-	-	1,14	2,48	1,16	0,66	-	-	-0,19	0,00
10,00	-	-	-	1,42	2,76	1,35	0,85	-	-	-0,14	+0,14
12,00	-	-	-	1,70	3,04	1,54	1,04	-	-	-0,10	+0,28
14,00	-	-	-	1,99	3,83	1,72	1,22	-	-	-0,05	+0,42
16,00	-	-	-	2,27	3,61	1,91	1,41	-	-	-0,01	+0,55
18,00	-	-	-	-	-	2,09	1,59	-	-	-	+0,69
20,00	-	-	-	-	-	2,28	1,78	-	-	-	+0,83
22,00	-	-	-	-	-	2,48	1,97	-	-	-	+0,97

Приложение А
(обязательное)

Расчет и прогноз

А.1 Результаты, полученные настоящим стандартом, могут использоваться для расчета давления паров образца бензина, включая его давление пара по Рейду (RVP) и для прогноза кривой разгонки по ASTM D 86.

А.2 Вычисляют RVP по Формуле (А.1).

$$\text{RVP} = \sum aV_i e^{-bt_i}, \quad (\text{А.1})$$

где V_i – объемная фракция, элюированная на границе i ;

t_i – точка кипения отрезка i , определенная по градуировочной кривой;

a , b – эмпирически (на основе опыта) определенные константы.

А.3 Прогнозируют кривую разгонки по ASTM D 86 от распределительной кривой интервала кипения по методу GCD путем эмпирической корреляции общей формы по Формуле (А.2).

$$\text{D } 86_i = \sum A_{ij} \times V_j, \quad (\text{А.2})$$

где D 86_i – процент по ASTM D 86;

A_{ij} – эмпирически определенные константы;

V_j – процент по методу GCD на границе отделения фракции j .

УДК 006.86; 006.034

МКС 75.160.20

Ключевые слова: бензин автомобильный, фракции бензина, определение интервала кипения, газовая хроматография
