
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
56869—
2016

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ И СМЕСИ ПРОПАН-ПРОПИЛЕНОВЫЕ

Определение углеводородов газовой хроматографией

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 52 «Природный и сжиженные газы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 февраля 2016 г. № 72-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM Д 2163—14е1 «Стандартный метод определения углеводородов в сжиженных нефтяных (LP) газах и пропан-пропиленовых смесях газовой хроматографией» (ASTM D 2163—14е1 «Standard test method for determination of hydrocarbons in liquefied petroleum (LP) gases and propane/propene mixtures by gas chromatography»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

| | |
|---|----|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Термины и определения | 2 |
| 4 Сущность метода | 2 |
| 5 Назначение и применение | 2 |
| 6 Аппаратура | 3 |
| 7 Реактивы и материалы | 5 |
| 8 Подготовка аппаратуры | 6 |
| 9 Калибровка и стандартизация | 9 |
| 10 Проведение испытаний | 10 |
| 11 Вычисления | 11 |
| 12 Протокол испытаний | 12 |
| 13 Прецизионность и смещение | 12 |
| Приложение X1 (справочное) Коэффициенты отклика, установленные теоретически | 13 |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) | 16 |

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ И СМЕСИ ПРОПАН-ПРОПИЛЕНОВЫЕ

Определение углеводородов газовой хроматографией

Liquefied petroleum gases and propane-propene mixtures. Determination of hydrocarbons by gas chromatography

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает количественное определение индивидуальных углеводородов C_1 — C_5 в сжиженных углеводородных газах (LPG) и смесях пропана и пропилена, за исключением пропилена высокой чистоты. Содержание компонентов определяют в диапазоне от 0,01 % об. до 100 % об.

1.2 Настоящий метод не позволяет достоверно определять углеводороды тяжелее C_5 и неуглеводородные материалы, поэтому для полной характеристики LPG могут потребоваться дополнительные испытания.

1.3 Значения в единицах СИ считаются стандартными. Значения в скобках приведены для информации.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты АСТМ¹⁾

АСТМ Д 1265 Стандартная практика отбора проб сжиженных углеводородных (LP) газов, ручной метод [ASTM D 1265, Standard practice for sampling liquefied petroleum (LP) gases, manual method]

АСТМ Д 1835 Стандартная спецификация на сжиженные углеводородные (LP) газы [ASTM D 1835, Standard specification for liquefied petroleum (LP) gases]

АСТМ Д 2421 Стандартная практика пересчета результатов определения C_5 и более легких углеводородов в объем газа, объем жидкости или массу (ASTM D 2421, Standard practice for interconversion of analysis of C_5 and lighter hydrocarbons to gas-volume, liquid-volume, or mass basis)

АСТМ Д 2598 Стандартная практика вычисления некоторых физических свойств сжиженного углеводородного (LP) газа по компонентному составу [ASTM D 2598, Standard practice for calculation of certain physical properties of liquefied petroleum (LP) gases from compositional analysis]

АСТМ Д 3700 Стандартная практика отбора образцов LPG с использованием плавающего поршня (ASTM D 3700, Standard practice for obtaining LPG samples using a floating piston cylinder)

АСТМ Д 6729 Стандартный метод определения индивидуальных компонентов моторных топлив для двигателей с искровым зажиганием с использованием высокоэффективной газовой хроматографии

¹⁾ Уточнить ссылки на стандарты АСТМ можно на сайте АСТМ www.astm.org или в службе поддержки клиентов АСТМ: 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.

на 100-метровой капиллярной колонке (ASTM D 6729, Standard test method for determination of individual components in spark ignition engine fuels by 100 metre capillary high resolution gas chromatography)

ASTM E 355 Стандартная практика по терминам и определениям в газовой хроматографии (ASTM E 355, Standard practice for gas chromatography terms and relationships)

ASTM E 594 Стандартная практика тестирования пламенно-ионизационных детекторов, используемых в газовой или сверхкритической жидкостной хроматографии (ASTM E 594, Standard practice for testing flame ionization detectors used in gas or supercritical fluid chromatography)

ASTM E 1510 Стандартная практика установки открытых кварцевых капиллярных колонок в газовые хроматографы (ASTM E 1510, Standard practice for installing fused silica open tubular capillary columns in gas chromatographs)

2.2 Общий стандарт Канады²⁾

CAN/CGSB 3.0 № 14.3 Стандартный метод испытаний для идентификации углеводородных компонентов в автомобильных бензинах с использованием газовой хроматографии (CAN/CGSB 3.0 № 14.3, Standard test method for the identification of hydrocarbon components in automotive gasoline using gas chromatography)

2.3 Стандарт Ассоциации переработчиков газа³⁾

GPA Std 2145—03 для гексана (GPA Std 2145—03 for hexane)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Общие термины и определения

3.1.1 Дополнительные термины по газовой хроматографии приведены в ASTM E 355.

3.1.2 **сжиженные углеводородные газы (LPG)** [liquefied petroleum gas LPG]: Углеводородные газы, которые могут храниться или использоваться в жидком состоянии при сжатии и/или охлаждении.

3.1.2.1 **Пояснение** — LPG обычно состоят из C₃ и C₄ алканов и алкенов или их смесей и содержат не более 10 % об. углеводородов с большим количеством атомов углерода. Давление насыщенных паров обычно не превышает 2000 кПа при температуре 40 °С.

3.2 Термины, характерные для настоящего стандарта:

3.2.1 **пропан-пропиленовые смеси** (propane/propene mixtures): Смеси, состоящие в основном из пропана и пропилена, в которых содержание одного из указанных компонентов, как правило, составляет от 30 % масс. до 85 % масс., а содержание другого компонента составляет большую часть остатка.

Товарный пропан по ASTM Д 1835 является типичным представителем вышеуказанной смеси продуктов.

3.2.1.1 **Пояснение** — Содержание других присутствующих компонентов — не более 10 % масс.

4 Сущность метода

Анализируют образец сжиженного углеводородного газа методом газовой хроматографии, вводя пробу в жидком или газообразном состоянии с помощью крана-дозатора. Сравнивают полученные результаты с соответствующими результатами, полученными для компонентов стандартной смеси известного состава или с использованием чистых углеводородов, разделенных при одинаковых условиях. Сравнивают время удерживания и площади пиков хроматограммы образца с результатами, полученными для стандартной смеси или чистых углеводородов.

5 Назначение и применение

5.1 Определение содержания углеводородных компонентов в сжиженных углеводородных газах и пропан-пропиленовых смесях необходимо для практического применения и реализации материала.

²⁾ Имеется в CGSB, Canadian General Standards Board, Gatineau, Canada K1A 1G6. См. сайт CGSB www.pwgsc.gc.ca/cgsb.

³⁾ Можно приобрести в Gas Processors Association (GPA), 6526 E. 60th St., Tulsa, OK 74145, см. сайт www.gasprocessors.com.

Для обеспечения качества продукции требуются точные данные по химическому составу исходного сырья или топлива. При использовании и переработке LPG следовые количества некоторых углеводородов в исходных материалах могут оказывать неблагоприятное воздействие.

5.2 Данные по компонентному составу сжиженного углеводородного газа и смесей пропилена можно использовать для вычисления физических величин, таких как относительная плотность, давление насыщенных паров и октановое число (см. ASTM Д 2598). Прецизионность и достоверность определения компонентного состава нефтепродуктов важна при их использовании.

6 Аппаратура

6.1 Газовый хроматограф (GC)

Можно использовать любой газовый хроматограф, оснащенный термостатом для линейного программирования температуры колонки. Регулирование температуры при анализе должно обеспечивать повторяемость времени удерживания с точностью до 0,05 мин (3 с).

6.2 Детектор

Для соединений, приведенных в таблице 1 (см. ASTM E 594), следует применять пламенно-ионизационный детектор (FID) с чувствительностью не более 0,5 ppm (моль).

Т а б л и ц а 1 — Предполагаемый порядок выхода компонентов и время удерживания

| Наименование компонента | Вычисленное время удерживания (с использованием условий эксплуатации колонок HP-PLOT Al ₂ O ₃), мин | Вычисленное время удерживания (с использованием условий эксплуатации капиллярных колонок длиной 100 м с полидиметилсилоксановой фазой), мин | Пламенно-ионизационный детектор (FID) | Детектор по теплопроводности (TCD) |
|--|--|---|---------------------------------------|------------------------------------|
| C ₅ —C ₆ олефины + смесь (обратная продувка) | A) | — | x | x |
| Смесь газов воздуха (O ₂ , Ar, N ₂ , CO ₂) | A) | — | — | x |
| Метан | 1,9 | 6,5 | x | x |
| Этан | 2,1 | 6,7 | x | x |
| Пропан | 2,7 | 7,3 | x | x |
| Циклопропан | 3,4 | — | x | x |
| Пропен | 3,5 | 7,2 | x | x |
| 2-Метилпропан (изобутан) | 4,0 | 8,4 | x | x |
| Бутан | 4,2 | 9,5 | x | x |
| Пропадиен | 4,7 | — | x | x |
| Этин (ацетилен) | 5,0 | — | x | x |
| <i>транс</i> -Бутен-2 | 5,5 | 9,9 | x | x |
| Бутен-1 | 5,6 | 9,2 | x | x |
| 2-Метилпропен (изобутен) | 5,7 | 9,1 | x | x |
| 2,2-Диметилпропан (неопентан) | 5,9 | 10,1 | x | x |
| <i>цис</i> -Бутен-2 | 6,2 | 10,6 | x | x |
| Циклопентан | 6,7 | 25,8 | x | x |
| 2-Метилбутан (изопентан) | 6,8 | 14,0 | x | x |

Окончание таблицы 1

| Наименование компонента | Вычисленное время удерживания (с использованием условий эксплуатации колонок HP-PLOT Al ₂ O ₃), мин | Вычисленное время удерживания (с использованием условий эксплуатации капиллярных колонок длиной 100 м с полидиметилсилоксановой фазой), мин | Пламенно-ионизационный детектор (FID) | Детектор по теплопроводности (TCD) |
|--|--|---|---------------------------------------|------------------------------------|
| Пентан | 7,2 | 16,9 | х | х |
| Бутадиен-1,3 | 7,5 | 9,3 | х | х |
| Пропин (метилацетилен) | 7,9 | — | х | х |
| Сумма олефинов C ₅ и C ₅₊ ^{В)} | 8,1 и до завершения | — | х | х |
| <p>А) Не используют.</p> <p>В) Компоненты с числом атомов углерода C₅₊ можно определить и записать индивидуально.</p> | | | | |

6.2.1 Можно использовать другие детекторы (отдельно или соединенные последовательно) при условии, что они будут обеспечивать достаточный отклик, линейность и чувствительность для измерения требуемых концентраций компонентов.

6.3 Обработка данных

Можно использовать любой имеющийся в продаже интегратор или компьютерную систему сбора данных для отображения хроматографического сигнала детектора и вычисления площади пика. Система должна обеспечивать возможность калибровки и получения окончательных данных со скорректированными результатами и вычисления площади пика.

6.4 Система ввода образца

Независимо от состояния пробы (жидкого или газообразного), кран для ввода точного количества образца и соотношение деления потока выбирают таким образом, чтобы обеспечивалась требуемая чувствительность и содержание компонента в образце не превышало верхнего предела линейности детектора.

6.4.1 При использовании капиллярных колонок газовый хроматограф должен быть оснащен нагреваемым устройством для ввода проб в изотермическом режиме с делением потока. В зависимости от объема вводимой пробы и требуемой чувствительности используют соотношение деления в интервале от 5:1 до 200:1 с типичным значением 100:1. При использовании насадочной колонки не требуется устройство для ввода проб с делением потока, можно использовать отверстие для ввода пробы.

6.4.2 Отбор проб в жидком состоянии (рекомендуемый)

Газовый хроматограф должен быть оборудован краном для ввода аликвоты образца в жидком состоянии в устройство для ввода проб с делением потока. Можно использовать краны для ввода проб в жидком состоянии с фиксированным объемом от 0,2 до 0,5 мкл или объемом, обеспечивающим обнаружение минимального содержания, приведенного в 1.1. Кран должен выдерживать давление, превышающее не менее чем на 1380 кПа (200 psi) давление насыщенных паров образца при рабочей температуре крана. На выходе из порта крана-дозатора для отвода газов должен быть установлен запорный кран. Перед портом ввода образца в кран-дозатор для удаления из образца механических примесей должен быть установлен насадочный сетчатый фильтр с размером пор от 2 до 7 мкм. Кран-дозатор должен обеспечивать повторяемость объема вводимой пробы не менее 2 % отн. Кран-дозатор на газовом хроматографе должен быть расположен таким образом, чтобы он мог работать при температуре окружающей среды. Рекомендуется для отбора проб использовать пробоотборники с плавающим поршнем для снижения или исключения испарения летучих компонентов в свободное пространство. Пробоотборники с пробой LPG, заполненные на 80 % объема, должны находиться под давлением инертного газа, например гелия, для облегчения перемещение сжиженного газа и точного ввода образца в жидком состоянии. Минимальное рекомендуемое давление должно быть на 1380 кПа (200 psi) выше давления насыщенных паров образца. Для определения значения давления можно использовать манометр. Перед подачей давления следует убедиться, что пробоотборник, автоматические линии и краны-дозаторы

хроматографа обеспечивают безопасную работу с пробой под давлением. Обычно между баллоном с гелием и пробоотборником устанавливают обратный клапан для предотвращения загрязнения, если давление в пробоотборнике выше, чем в баллоне, поддерживаемом при повышенном давлении.

6.4.3 Ввод пробы в газообразном состоянии (при наличии)

Для ввода пробы в газообразном состоянии можно использовать шести- или десятиходовой кран с петлевым дозатором наружным диаметром 1,6 мм (1/16 дюйма) вместимостью 200 мкл, обеспечивающий ввод фиксированного объема пробы. Такой кран должен размещаться в обогреваемом корпусе с температурой выше температуры кипения самого высококипящего компонента пробы. Перед вводом пробу пропускают через сменный фильтр из нержавеющей стали (фрит) с размером пор от 2 до 7 мкм или мембранный фильтр. Кран должен обеспечивать повторяемость ввода образца не менее 2 % отн.

6.5 Регулирование подачи газа

Газовый хроматограф должен быть оснащен устройством подачи и контроля газа-носителя, а также детектором газов. Устройство должно содержать газовый баллон, понижающий редуктор и трубку для подачи и контроля массы или давления газа для точного регулирования работы прибора.

Примечание 1 — Большинство поставщиков обеспечивают газовые хроматографы соответствующими устройствами или рекомендуют их.

6.6 Система колонок/реверсивный переключающий кран

При необходимости для определения C_5 олефинов/ C_{6+} можно использовать вышеуказанный многоходовой кран. Регулируют схему промывки обратным потоком в соответствии с рекомендациями изготовителя.

6.7 Колонки

Перед использованием колонки кондиционируют в соответствии с рекомендациями изготовителя.

6.7.1 Аналитическая колонка

Рекомендуется использовать открытую капиллярную аналитическую колонку длиной 50 м, внутренним диаметром 0,53 мм, с пористым слоем сорбента Al_2O_3 , дезактивированным Na_2SO_4 , — PLOT Al_2O_3/Na_2SO_4 . Порядок удерживания компонентов газов зависит от способа дезактивации колонки (**Предупреждение** — Следует убедиться, что колонка не адсорбирует пропадиен и бутадиены, что характеризует степень дезактивации колонки).

6.7.1.1 Для поддержания эффективности колонки может потребоваться периодическое кондиционирование.

6.7.1.2 Можно использовать любую колонку, обеспечивающую требуемое разделение компонентов. Можно использовать колонки длиной 100 м, внутренним диаметром 0,25 мм, с толщиной пленки неподвижной фазы 0,5 мкм, применяемые в методах испытаний по ASTM Д 6729 и CGSB 3.0 № 14.3.

6.7.2 Предколонка (при необходимости)

Вторая колонка требуется для промывания C_5 олефинов и/или гексана+ (C_{6+}) обратным потоком с помощью реверсивного/обращающего поток крана. Можно использовать любую предколонку, обеспечивающую разделение интересующих компонентов и смеси высококипящих компонентов. Можно использовать капиллярные колонки длиной от 10 до 30 м, внутренним диаметром 0,53 мм, с толщиной пленки неподвижной фазы полидиметилсилоксана или полиэтиленгликоля 1 мкм или секции колонок длиной от 9 до 15 см из такого же материала, как у аналитической колонки, или любую предколонку, обеспечивающую требуемое удерживание олефинов C_5 , гексанов и более тяжелых компонентов. Предколонка необходима для предотвращения попадания более тяжелых компонентов в аналитическую колонку и перемещения их обратным промыванием на детектор для количественного определения. Предколонка также может удерживать воду и кислородсодержащие углеводородные соединения, которые также не рекомендуется вводить в аналитическую колонку.

7 Реактивы и материалы

7.1 Газы-носители

Рекомендуется пропускать имеющиеся в продаже газы-носители перед введением в хроматографическую колонку через устройства для осушения и поглощения кислорода, например молекулярные

сита. Следуют инструкциям изготовителя по использованию таких устройств и при необходимости их заменяют.

7.1.1 Водород чистотой не менее 99,995 %, с содержанием воды не более 0,1 ppm (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся газ под высоким давлением).

7.1.2 Гелий чистотой не менее 99,995 %, с содержанием воды не более 0,1 ppm (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся, может быть вредным для здоровья или смертельным при проглатывании или вдыхании).

7.2 Газы-детекторы

7.2.1 Водород чистотой не менее 99,99 % (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся газ под высоким давлением).

7.2.2 Воздух, содержащий не более 10 ppm каждого из общего количества углеводородов и воды (**Предупреждение** — Материалы являются легковоспламеняющимися и могут быть вредными для здоровья или смертельными при проглатывании или вдыхании).

7.3 Стандартные образцы

7.3.1 Чистота реактивов

Следует использовать реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества⁴⁾. Можно использовать реактивы другой квалификации, если предварительно установлено, что чистота реактива не снижает точность определения.

7.3.2 Эталонные газовые смеси

Для качественной и количественной калибровки можно использовать имеющиеся в продаже индивидуальные газы или их смеси. Образец эталонной газовой смеси должен быть подготовлен гравиметрически и сертифицирован; следует указывать значения гравиметрической и вычисленной объемной концентрации. В связи с высоким парциальным давлением, оказываемым метаном и этиленом, следует ограничивать их содержание в смеси до 0,2 % об.

Калибровочные стандарты всегда должны находиться в цилиндре с плавающим поршнем под давлением не менее чем на 1380 кПа (200 psi) выше давления насыщенных паров смеси (предполагается использование источника постоянного давления). Можно применять обычные баллоны для хранения LPG при условии обеспечения требуемого давления. Для калибровки приборов следует использовать смеси в жидком состоянии с содержанием каждого из анализируемых веществ, перечисленных в таблице 1, в соответствии с типом анализируемого LPG (**Предупреждение** — Материалы являются легковоспламеняющимися и могут быть вредными для здоровья или смертельными при проглатывании или вдыхании).

7.3.3 Калибровочная газовая смесь

Для контроля прецизионности и смещения можно использовать смесь известного состава, аналогичную анализируемым образцам. Смеси в жидком состоянии всегда должны находиться в цилиндре с плавающим поршнем под давлением не менее чем на 1380 кПа (200 psi) выше давления паров смеси (предполагается использование источника постоянного давления).

8 Подготовка аппаратуры

8.1 Настраивают аппаратуру в соответствии с инструкциями изготовителя или указаниями настоящего стандарта.

8.2 Устанавливают и кондиционируют колонку в соответствии с инструкциями изготовителя. Процедуры установки и кондиционирования колонок приведены в ASTM E 1510.

8.3 Устанавливают рабочие параметры газового хроматографа. Перед калибровкой и вводом пробы стабилизируют прибор. Типовые рабочие параметры колонки PLOT и капиллярной колонки с не-

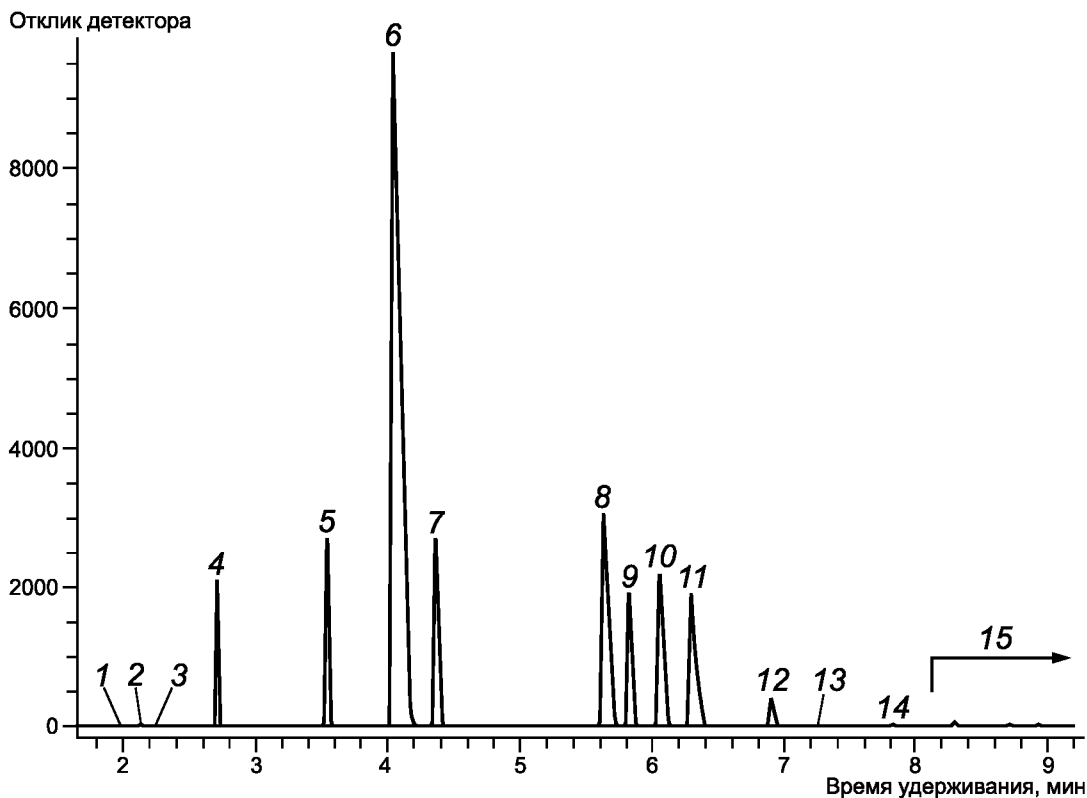
⁴⁾ Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, — см. Analag Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD. (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

подвижной фазой из 100 %-ного полидиметилсилоксана приведены в таблице 2. Условия, приведенные для колонок с полидиметилсилоксаном, эквивалентны условиям, установленным в АСТМ Д 6729.

Т а б л и ц а 2 — Стандартные рабочие параметры

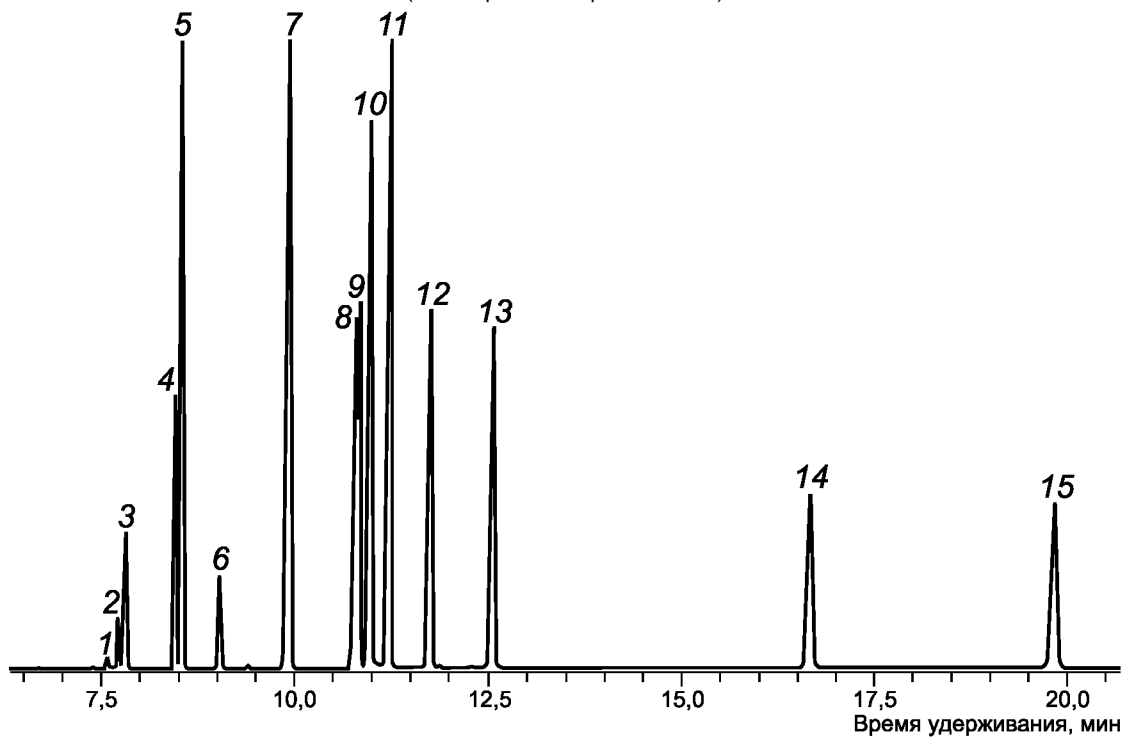
| Наименование параметра | Капиллярная колонка | |
|---|---|--|
| | длиной 100 м, внутренним диаметром 0,25 мм, с толщиной пленки 100 %-ного полидиметилсилоксана 0,5 мкм | PLOT/Al ₂ O ₃ , дезактивированный Na ₂ SO ₄ , длиной 50 м, внутренним диаметром 0,53 мм, с толщиной пленки пористого сорбента 15 мкм |
| Обратный поток | — | — |
| Начальная температура, °С | 0 | 80 |
| Время удерживания несорбирующегося компонента, мин | 15 | 1 |
| Скорость программирования 1, °С/мин | 1 | 10 |
| Конечная температура, °С | 50 | 200 |
| Скорость программирования 2, °С/мин | 2 | — |
| Конечная температура, °С | 130 | — |
| Скорость программирования 3, °С/мин | 4 | — |
| Конечная температура | 270 | — |
| Конечное время удерживания несорбирующегося компонента, мин | 0 | 12 |
| Температура инжектора, °С | 250 | 250 |
| Объем образца, мкл | 0,2—0,5 | 0,2 |
| Соотношение деления потока | 175:1—275:1 | 100:1 |
| Температура детектора, °С | 300—350 | 250 |
| Скорость потока водорода — топливного газа, мл/мин | 30—40 | 40 |
| Скорость потока окисляющего газа — воздуха, мл/мин | 300—450 | 400 |
| Вспомогательный газ | Азот или гелий | Гелий |
| Скорость потока вспомогательного газа, мл/мин | 30 | 35 |
| Скорость газа-носителя, мл/мин | Гелий или водород — 2 | Гелий — 6 |
| Средняя линейная скорость газа-носителя, см/с | 25 | 45 |
| Скорость обработки данных, Гц | От 10 до 20 включ. | 5 |
| Приблизительное время проведения анализа, мин | 140 | 25 |

8.4 Получают хроматограммы стандартного образца и/или пробы. Следует убедиться, что ни один из полученных пиков не превысил верхнюю границу диапазона устройства обработки данных (при полной шкале на данных устройствах все пики имеют симметричную форму кривых Гаусса в отличие от пиков с плоскими вершинами). Погрешность определения площади пиков компонентов не должна превышать 2 %. Следует использовать один и тот же объем пробы (соотношение деления) для всех анализов во всем диапазоне. Примеры хроматограмм приведены на рисунках 1 и 2.



1 — метан (1,978 мин); 2 — этан (2,137 мин); 3 — этилен (2,250 мин); 4 — пропан (2,708 мин); 5 — пропилен (3,538 мин); 6 — изобутан (4,038 мин); 7 — *n*-бутан (4,352 мин); 8 — *транс*-бутен-2 (5,624 мин); 9 — бутен-1 (5,818 мин); 10 — изобутен (6,038 мин); 11 — *цис*-бутен-2 (6,293 мин); 12 — изопентан (6,908 мин); 13 — *n*-пентан (7,252 мин); 14 — бутадиен-1,3 (7,835 мин); 15 — C₅ олефины и C₆₊

Рисунок 1 — Пример хроматограммы с использованием открытой капиллярной колонки с пористым слоем (без обратного промывания)



1 — метан; 2 — этен; 3 — этан + ацетилен; 4 — пропен; 5 — пропан; 6 — пропадиен; 7 — изобутан; 8 — изобутен; 9 — бутен-1; 10 — бутадиен-1,3; 11 — *n*-бутан; 12 — *транс*-бутен-2; 13 — *цис*-бутен-2; 14 — изопентан; 15 — *n*-пентан

Рисунок 2 — Пример хроматограммы, полученной на колонке с полидиметилсилоксаном

8.5 Кран ввода проб в жидком состоянии (рекомендуется)

Время включения и выключения крана устанавливают в соответствии с инструкцией изготовителя.

8.6 Кран ввода проб в газообразном состоянии (при наличии)

Время включения и выключения крана устанавливают в соответствии с инструкцией изготовителя.

8.7 Кран переключения на обратное промывание (при наличии)

Устанавливают кран в положении «выкл.», позволяя обратному потоку непрерывно проходить через предколону. Перед вводом или после ввода пробы возвращают кран в положение «вкл.», направляя поток образца через предколону. Возвращают кран в положение «выкл.» в момент, определяемый эмпирически, который зависит от длины и типа используемой предколони. При этом предколону и детектор промывают обратным потоком перед элюированием компонентов из аналитической колонки. Определение времени переключения может потребовать многократного повторения процедуры и интерполяции. Время, определенное при этой процедуре, должно воспроизводиться для всех образцов аналогичного состава.

9 Калибровка и стандартизация**9.1 Качественное определение**

Время удерживания компонентов определяют по результатам анализа эталонных смесей известного состава так же, как для проб (см. раздел 10). Типичные времена удерживания приведены в таблице 1.

9.2 Количественное определение

Для корректировки отклика детектора на углеводороды, определяемые по настоящему методу, используют коэффициенты отклика. Можно использовать коэффициенты отклика, определенные экспериментально или установленные теоретически.

9.2.1 Коэффициенты отклика, определенные экспериментально

Определяют коэффициент отклика компонентов, анализируя стандартные калибровочные смеси при значениях давления и температуры, как для пробы (см. раздел 10). Для каждого компонента, присутствующего в калибровочном стандарте, вычисляют коэффициент отклика по формуле (1). Следует учитывать, что некоторые интеграторы или системы компьютерной обработки данных могут для вычисления коэффициентов отклика использовать другую формулу (в некоторых случаях обратную приведенной). После определения коэффициента отклика для каждого компонента анализируют в качестве образца вторичный стандарт и убеждаются, что концентрации совпадают со значениями для стандарта в пределах прецизионности и смещения для данного метода испытаний, установленных по результатам межлабораторных испытаний.

$$RF_i = C_i/A_i \quad (1)$$

где RF_i — коэффициент отклика для i -го компонента;

C_i — известное содержание i -го компонента;

A_i — интегрированная площадь пика i -го компонента.

9.2.2 Коэффициенты отклика, установленные теоретически

Если анализируемые образцы содержат только углеводороды и для определения их содержания используется FID, можно использовать коэффициенты отклика, установленные теоретически. Результаты должны быть приведены к 100 %.

9.2.2.1 В таблице 3 приведены значения относительных массовых коэффициентов отклика RRF , полученных теоретически относительно несорбирующегося компонента — метана. При использовании этих коэффициентов отклика получают результаты в процентах по массе, которые при необходимости можно преобразовать в другие единицы — проценты по объему или молярные проценты. Значения массовых коэффициентов отклика, установленных теоретически, можно преобразовать в другие количественные единицы. Индивидуально элюирующие олефины C_5 и/или C_{6+} можно определить количественно, используя один и тот же коэффициент отклика RRF .

Т а б л и ц а 3 — Значения относительных массовых коэффициентов отклика RRF , установленных теоретически

| Наименование компонента | RRF | Наименование компонента | RRF |
|--------------------------|-------|---|-------|
| Метан | 1,0 | Бутен-1 | 0,874 |
| Этан | 0,937 | 2-Метилпропен (изобутен) | 0,874 |
| Этен (этилен) | 0,874 | <i>цис</i> -Бутен-2 | 0,874 |
| Пропан | 0,916 | 2,2-Диметилпропан (неопентан) | 0,895 |
| Пропен (пропилен) | 0,874 | 2-Метилбутан (изопентан) | 0,899 |
| Циклопропан | 0,874 | Пропин (метилацетилен) | 0,834 |
| 2-Метилпропан (изобутан) | 0,906 | Циклопентан | 0,849 |
| Этин (ацетилен) | 0,813 | <i>n</i> -Пентан | 0,899 |
| Пропадиен | 0,834 | Бутадиен-1,3 | 0,843 |
| Бутан | 0,906 | Смеси олефинов C_5/C_6+ (только с обратной продувкой) | 0,885 |
| <i>транс</i> -Бутен-2 | 0,874 | Олефины C_5 и C_5+ | 0,885 |

9.2.2.2 До калибровки следует сравнивать вычисленные результаты с паспортными значениями для известного стандартного образца. Стандартный образец должен содержать все компоненты, имеющиеся в пробе. Результаты определения содержания компонентов должны совпадать с точностью до 5 % сертифицированного значения. Нарушение линейности ввода пробы или использования стандартного образца, который не находился под давлением, может привести к несопоставимым результатам.

9.3 Контроль качества

При регулярном проведении испытаний первичный или вторичный стандартный образец следует анализировать не менее одного раза в неделю для проверки точности системы. При нерегулярном проведении испытаний первичный или вторичный стандартный образец анализируют перед каждым анализом.

10 Проведение испытаний

10.1 Отбор проб

Отбор проб из источника образца и для хроматографирования всегда должен гарантировать представительную пробу для анализа. Прецизионность и точность при проведении настоящего метода чаще всего не выполняется из-за неправильного отбора проб (см. ASTM Д 3700 и ASTM Д 1265).

10.2 Ввод пробы в жидком состоянии

Пробу концентратов пропилена, образцов бутана или других образцов LPG можно ввести с помощью крана для ввода проб в жидком состоянии. Предполагается, что образец отобран в цилиндр с плавающим поршнем и проба перед проведением анализа находилась под давлением, превышающим давление насыщенных паров пробы на 1380 кПа (200 psi).

10.2.1 В вытяжном шкафу перед подключением цилиндра его переворачивают и пропускают небольшое количество образца через клапан цилиндра для удаления из него влаги или твердых частиц.

10.2.2 Подключают стандартную жидкость под давлением к крану порта ввода проб в жидком состоянии и закрывают вентиляционный кран. Открывают запорный клапан на стандартном цилиндре и вентиляционный кран на 10—15 с, позволяя образцу протекать через кран для отбора проб. Промывка крана несколько раз образцом перед его вводом приводит к локальному охлаждению, обеспечивающему более высокую повторяемость введения пробы в жидком состоянии. Когда жидкость течет через кран, быстро закрывают вентиляционный кран, а затем поворачивают кран отбора проб в жидком состоянии на введение образца.

10.2.3 При использовании обратной продувки переключают кран в заранее определенное время для элюирования олефинов C_5/C_6+ смесей до детектора.

10.3 Кран для введения проб в газообразном состоянии (при наличии)

Испаряют образец в жидком состоянии в соответствии с процедурой по 10.3.1—10.3.5 или с помощью нагретого испарителя, который нагревает клапан отбора проб в газообразном состоянии, как описано в 10.3.6. Перед вводом образца в поток газа-носителя через пробоотборную петлю для газообразных проб пропускают от 5 до 10 мл пробы, закрывают кран цилиндра и позволяют давлению пробы сравняться с атмосферным давлением (прерывание потока).

10.3.1 До подключения цилиндр с плавающим поршнем переворачивают в вытяжном шкафу и пропускают небольшую порцию пробы через кран для удаления влаги или твердых частиц.

10.3.2 Присоединяют вторую емкость, состоящую из двух шариковых клапанов, соединенных вместе и имеющих внутренний объем приблизительно 1 мл для пробы в жидком состоянии.

10.3.3 Снижают давление во второй емкости примерно до 0,13 кПа (1 мм рт. ст.), в том числе в соединении с выпускным отверстием сосуда для образца в жидком состоянии. Закрывают все клапаны.

10.3.4 Медленно открывают кран пробоотборного цилиндра с образцом, чтобы заполнить соединение жидкостью. Открывают впускной шариковый клапан второй емкости и заполняют ее жидкостью.

Удерживают вертикально сосуд с жидким образцом и дополнительной емкостью снизу, открывают выпускной шариковый клапан и позволяют порции жидкости пройти через вторую емкость.

Закрывают выпускной шариковый клапан, потом впускной шариковый клапан и выпускной клапан цилиндра с образцом в указанной последовательности. Отсоединяют вторую емкость.

10.3.5 Подключают вторую емкость к контейнеру с приблизительно вместимостью 100 мл, оснащенному иглычатыми или запорными клапанами. Открывают клапаны контейнера, вакуумируют контейнер и соединительную трубку. Закрывают выпускной кран контейнера и медленно открывают выпускной кран второй емкости, чтобы жидкий образец испарился в вакуумированном сосуде. Закрывают все краны. Контейнер вместимостью 100 мл содержит испарившийся газ, который является представителем жидкого образца и имеет манометрическое давление от 69 до 138 кПа (от 10 до 20 psi). Этот газ можно использовать для очистки петлевого дозатора крана-дозатора для ввода проб газа, как описано в 11.1.

10.3.6 Для нагревания клапана отбора проб можно использовать нагреваемый испаритель, состоящий из трубки объемом приблизительно 10 мл, размещенной в нагретом блоке (массивный блок, температуру которого поддерживают приблизительно 60 °С). Соединяют кран цилиндра с пробой в жидком состоянии с входным отверстием обогреваемой трубки. С помощью выпускного крана пробоотборного цилиндра подают несколько небольших аликвот жидкой пробы через трубку. Позволяют давлению в пробоотборной петле клапана отбора проб в газообразном состоянии сравняться с давлением окружающей среды, а затем поворачивают клапан отбора проб газа для ввода испаренного образца.

11 Вычисления

11.1 Метод калибровки по внешнему стандарту (рекомендуемый)

Вычисляют содержание каждого компонента по формуле (2). Общее количество углеводородов определяют суммированием содержания каждого компонента. Если известно, что образец содержит только углеводороды, то результаты должны быть приведены к 100,00 %. Возможно, что в результате округления результаты приведения не будут равны 100,00 %. В этом случае разность, как правило, прибавляют к соответствующему значению для компонента с максимальным содержанием. Данный метод (см. 1.2) не используют для определения содержания неуглеводородных компонентов, и вышеизложенная процедура может привести к получению недостоверных результатов.

$$SC_i = RF_i \cdot SA_i \quad (2)$$

где SC_i — содержание i -го компонента в пробе;

RF_i — коэффициент отклика i -го компонента;

SA_i — интегрированная площадь пика i -го компонента.

11.2 Метод калибровки по относительным коэффициентам отклика, установленным теоретически

Если для определения содержания компонентов используется FID, вместо коэффициентов отклика RF_i можно использовать установленные теоретически коэффициенты отклика, приведенные в таблице 3. Результаты приводят к 100 %. При использовании указанных коэффициентов отклика результаты,

получаемые в процентах по массе, при необходимости можно перевести в другие единицы (проценты по объему или молярные проценты). Теоретически установленные относительные коэффициенты отклика перед количественным определением также можно преобразовать в другие единицы. Количественные определения с использованием теоретически установленных относительных коэффициентов отклика также не учитывают наличие неуглеводородных компонентов. Примеры преобразований приведены в ASTM Д 2421. При наличии неуглеводородных компонентов результаты испытаний по настоящему методу будут недостоверными.

12 Протокол испытаний

12.1 В протоколе испытаний указывают содержание каждого компонента в жидком состоянии с точностью до 0,01 % об.

12.2 Можно указывать содержание индивидуально элюирующих компонентов олефинов C₅ и C₆₊ отдельно или в виде суммы.

13 Прецизионность и смещение

13.1 Прецизионность настоящего метода основана на результатах межлабораторных исследований, проведенных в период с мая 2010 г. по ноябрь 2012 г. В 16 лабораториях анализировали по два раза 13 образцов LPG, состоящих преимущественно из пропан-бутанов, при этом некоторые образцы смешивали для имитирования продуктов по спецификации. Каждый образец был представлен в двух цилиндрах с плавающим поршнем, из каждого цилиндра отбирали только одну пробу, чтобы исключить потери легколетучих компонентов.

13.1.1 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.

13.1.2 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.

Т а б л и ц а 4 — Повторяемость и воспроизводимость

В процентах по объему

| Наименование компонента | Содержание | Повторяемость r^* | Воспроизводимость R^* |
|-------------------------|-------------|--------------------------|----------------------------|
| Метан | 0,004—0,05 | 0,2(X + 0,011) | 1,44(X + 0,011) |
| Этан | 0,002—2,94 | 0,108 $X^{0,65}$ | 0,322 $X^{0,65}$ |
| Пропан | 0,96—98,22 | 0,397 $10^{-1} X^{0,7}$ | 0,17415 $X^{0,7}$ |
| Пропен | 0,014—77,33 | 0,661 $10^{-1} X^{0,66}$ | 0,285 $X^{0,66}$ |
| Изобутан | 0,048—98,35 | 0,427 $10^{-1} X^{0,4}$ | 0,165 $X^{0,4}$ |
| <i>n</i> -Бутан | 0,16—97,5 | 0,546 $10^{-1} X^{0,45}$ | 0,1376 $X^{0,45}$ |
| Изопентан | 0,005—0,543 | 0,33 $10^{-1} X^{0,25}$ | 0,53 $10^{-1} X^{0,25}$ |
| <i>n</i> -Пентан | 0,012—0,829 | 0,44 $10^{-1} X^{0,4}$ | 0,93 $10^{-1} X^{0,4}$ |
| C ₅₊ | 0,009—2,58 | 0,341 $X^{0,75}$ | 1,965 $X^{0,75}$ |

* Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе исследовательского отчета RR:D02-1770 в службе поддержки клиентов на сайте service@astm.org.

13.1.3 Смещение

Смещение данного метода испытаний не установлено в связи с отсутствием стандартных образцов.

**Приложение X1
(справочное)**

Коэффициенты отклика, установленные теоретически

X1.1 Пересчет процентов по массе в проценты по объему

Пример пересчета теоретических установленных коэффициентов отклика в процентах по массе в коэффициенты отклика в процентах по объему приведен в таблице X1.1. Поскольку трудно надежно обеспечить содержание метана в стандартном LPG, данные коэффициенты представлены относительно *n*-бутана.

X1.2 Сравнение коэффициентов отклика, установленных теоретически и определенных экспериментально

При использовании для вычислений экспериментальных или теоретических коэффициентов отклика рекомендуется проводить предварительную оценку экспериментальных коэффициентов. Значения, полученные экспериментально, не должны отличаться от установленных теоретически более чем на 5 %. Несоблюдение этого критерия свидетельствует о недостаточном давлении для удерживания более легких компонентов в жидкой пробе. В этом случае калибровка с использованием стандартного образца может привести к недостоверным результатам анализа пробы. Если подтверждается качество стандартного образца, то отличие результатов обусловлено проблемой с оборудованием, которую следует устранить до калибровки.

Таблица X1.1 — Пересчет теоретического относительного массового коэффициента отклика $RRF_{i \text{ масс}}$ в теоретический объемный коэффициент отклика $RRF_{об}$ по отношению к *n*-бутану

| Наименование компонента | Теоретический относительный массовый коэффициент отклика, $RRF_{i \text{ масс}}$ | Относительная плотность при 15,6 °C /15,6 °C (60 °F /60 °F) ^A | Теоретический относительный объемный коэффициент отклика $RRF_{об}$ ($RRF_{i \text{ масс}}/\text{плотность}$) | Теоретический относительный объемный коэффициент отклика RRF_i (относительно <i>n</i> -бутана) |
|-------------------------------|--|--|---|--|
| Метан | 1,000 | 0,3000 | 3,3333 | 2,149 |
| Этан | 0,937 | 0,3564 | 2,6291 | 1,695 |
| Этилен (этилен) | 0,874 | 0,3700 ^B | 2,3622 | 1,523 |
| Пропан | 0,916 | 0,5074 | 1,8053 | 1,164 |
| Пропен (пропилен) | 0,874 | 0,5226 | 1,6724 | 1,078 |
| 2-Метилпропан (изобутан) | 0,906 | 0,5629 | 1,6095 | 1,038 |
| Этин (ацетилен) | 0,811 | 0,4180 | 1,9402 | 1,251 |
| Пропадиен | 0,831 | 0,6000 | 1,3850 | 0,893 |
| <i>n</i> -Бутан | 0,906 | 0,5841 | 1,5511 | 1,000 |
| <i>транс</i> -Бутен-2 | 0,874 | 0,6112 | 1,4300 | 0,922 |
| Бутен-1 | 0,874 | 0,6004 | 1,4557 | 0,938 |
| 2-Метилпропен (изобутен) | 0,874 | 0,6015 | 1,4530 | 0,937 |
| <i>цис</i> -Бутен-2 | 0,874 | 0,6286 | 1,3904 | 0,896 |
| 2,2-Диметилпропан (неопентан) | 0,899 | 0,5967 | 1,5066 | 0,971 |
| 2-Метилбутан (изопентан) | 0,899 | 0,6246 | 1,4393 | 0,928 |
| Пропин (метилацетилен) | 0,843 | 0,6210 | 1,3575 | 0,875 |
| <i>n</i> -Пентан | 0,899 | 0,6311 | 1,4245 | 0,918 |

Окончание таблицы X1.1

| Наименование компонента | Теоретический относительный массовый коэффициент отклика, $RRF_{i\text{масс}}$ | Относительная плотность при 15,6 °C /15,6 °C (60 °F /60 °F) ^{A)} | Теоретический относительный объемный коэффициент отклика $RRF_{об}$ ($RRF_{i\text{масс}}/\text{плотность}$) | Теоретический относительный объемный коэффициент отклика RRF_i (относительно <i>n</i> -бутана) |
|---|--|---|---|--|
| Бутадиен-1,3 | 0,843 | 0,6272 | 1,3441 | 0,867 |
| Смесь олефинов C ₅ / C ₆₊ | 0,885 | 0,6641 ^{C)} | 1,3326 | 0,859 |

A) См. ASTM DS4B — справочник физических констант углеводородов и неуглеводородных соединений, ASTM International, 1991.
 B) См. ASTM D 2421—95.
 C) См. GPA Std 2145—03 для гексана. Следует обратить внимание, что значение округлено до четвертого десятичного знака по значению до пятого десятичного знака по GPA Std 2145—03.

X1.2.1 Если в протоколе испытаний стандартных образцов LPG в жидком состоянии результаты приведены в процентах по объему, можно определить теоретические значения коэффициентов отклика в процентах по массе, используя таблицу X1.2.

Т а б л и ц а X1.2 — Значения теоретических массовых коэффициентов отклика

| Пересчет процентов по объему в проценты по массе | | | | | | | | | | |
|--|-------------------------|----------------------------|--|---|--|--|--|--------------------------|--|---------|
| № | Наименование компонента | Стандартный образец, % об. | | Относительная плотность при 15,6 °C /15,6 °C (60 °F /60 °F) ^{A)} | | Стандартный образец, % об. × относительную плотность | | Коэффициент нормализации | | % масс. |
| | | x | | = | | x | | = | | |
| 1 | Этан | 1,800 | | 0,3564 | | 0,64 | | | | 1,13 |
| 2 | Пропан | 13,000 | | 0,5074 | | 6,60 | | =100/общее содержание | | 11,62 |
| 3 | Пропилен | 10,300 | | 0,5226 | | 5,38 | | =1,762 | | 9,49 |
| 4 | Изобутан | 25,800 | | 0,5629 | | 14,52 | | | | 25,59 |
| 5 | <i>n</i> -Бутан | 10,600 | | 0,5841 | | 6,19 | | | | 10,91 |
| 6 | <i>транс</i> -Бутен-2 | 7,000 | | 0,6112 | | 4,28 | | | | 7,54 |
| 7 | Бутен-1 | 9,930 | | 0,6004 | | 5,96 | | | | 10,50 |
| 8 | Изобутилен | 14,500 | | 0,6015 | | 8,72 | | | | 15,37 |
| 9 | <i>цис</i> -Бутен-2 | 2,880 | | 0,6286 | | 1,81 | | | | 3,19 |
| 10 | Изопентан | 2,470 | | 0,6246 | | 1,54 | | | | 2,72 |
| 11 | <i>n</i> -Пентан | 0,024 | | 0,6311 | | 0,02 | | | | 0,03 |
| 12 | Бутадиен-1,3 | 1,150 | | 0,6272 | | 0,72 | | | | 1,27 |
| 13 | Гексан | 0,550 | | 0,6641 | | 0,37 | | | | 0,64 |
| | Всего | 100,00 | | | | 56,75 | | | | 100,0 |

Окончание таблицы X1.2

| Экспериментально определенный массовый коэффициент отклика (относительно <i>n</i> -бутана) | | | | | | | | | | |
|--|-------------------------|--|---|--|---|---|---|--------------------------------------|---|---|
| № | Наименование компонента | % масс. | | Площадь пика | | Массовый коэффициент отклика <i>MRF</i> | | Коэффициент отклика <i>n</i> -бутана | | Значение экспериментально установленного массового коэффициента отклика (относительно <i>n</i> -бутана) |
| | | | / | | = | | / | | = | |
| 1 | Этан | 1,13 | | 2102 | | $5,38 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 2 | Пропан | 11,62 | | 22007 | | $5,28 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 3 | Пропилен | 9,49 | | 19931 | | $4,76 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 4 | Изобутан | 25,59 | | 50050 | | $5,11 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 5 | <i>n</i> -Бутан | 10,91 | | 21787 | | $5,01 \cdot 10^{-4}$ | | $5,01 \cdot 10^{-4}$ | | 1,000 |
| 6 | <i>транс</i> -Бутен-2 | 7,54 | | 15056 | | $5,01 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 7 | Бутен-1 | 10,50 | | 21042 | | $4,99 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 8 | Изобутилен | 15,37 | | 31409 | | $4,89 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 9 | <i>цис</i> -Бутен-2 | 3,19 | | 6458 | | $4,94 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 10 | Изопентан | 2,72 | | 5434 | | $5,00 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 11 | <i>n</i> -Пентан | 0,03 | | 55 | | $4,91 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 12 | Бутадиен-1,3 | 1,27 | | 2686 | | $4,73 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| 13 | Гексан | 0,64 | | 1306 | | $4,93 \cdot 10^{-4}$ | | | | |
| Сопоставление экспериментальных и теоретических массовых коэффициентов отклика | | | | | | | | | | |
| № | Наименование компонента | Экспериментальный массовый коэффициент отклика (относительно <i>n</i> -бутана) | | Теоретический массовый коэффициент отклика (относительно <i>n</i> -бутана) | | Расхождение | | Подтверждение диапазона $\pm 0,05$ | | |
| | | | - | | = | | ; | | | |
| 1 | Этан | 1,074 | | 1,034 | | 0,040 | | Да | | |
| 2 | Пропан | 1,055 | | 1,011 | | 0,044 | | Да | | |
| 3 | Пропилен | 0,950 | | 0,965 | | -0,014 | | Да | | |
| 4 | Изобутан | 1,021 | | 1,000 | | 0,021 | | Да | | |
| 5 | <i>n</i> -Бутан | 1,000 | | 1,000 | | 0,000 | | Да | | |
| 6 | <i>транс</i> -Бутен-2 | 1,000 | | 0,965 | | 0,035 | | Да | | |
| 7 | Бутен-1 | 0,997 | | 0,965 | | 0,032 | | Да | | |
| 8 | Изобутилен | 0,977 | | 0,965 | | 0,013 | | Да | | |
| 9 | <i>цис</i> -Бутен-2 | 0,986 | | 0,965 | | 0,022 | | Да | | |
| 10 | Изопентан | 0,999 | | 0,992 | | 0,007 | | Да | | |
| 11 | <i>n</i> -Пентан | 0,981 | | 0,992 | | -0,011 | | Да | | |
| 12 | Бутадиен-1,3 | 0,945 | | 0,930 | | 0,015 | | Да | | |
| 13 | Гексан | 0,984 | | 0,977 | | 0,007 | | Да | | |
| А) См. ASTM DS4B — справочник физических констант углеводородов и неуглеводородных соединений, ASTM International, 1991. | | | | | | | | | | |

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного стандарта АСТМ | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта |
|--|----------------------|--|
| АСТМ Д 1265—11 | — | * |
| АСТМ Д 1835—13 | — | * |
| АСТМ Д 2421—13 | — | * |
| АСТМ Д 2598—12 | — | * |
| АСТМ Д 3700—14 | — | * |
| АСТМ Д 6729—14 | IDT | ГОСТ Р 56873—2016 «Топлива моторные для двигателей с искровым зажиганием. Определение компонентного состава методом газовой хроматографии с использованием высокоэффективной капиллярной колонки длиной 100 м» |
| АСТМ Е 355—14 | — | * |
| АСТМ Е 594—11 | — | * |
| АСТМ Е 1510—13е | — | * |
| CAN/CGSB 3.0 № 14.3 | — | * |
| GPA Std 2145—03 | — | * |
| <p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта АСТМ. Перевод данного стандарта АСТМ находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: IDT — идентичные стандарты.</p> | | |

УДК 662.753.1:006.354

ОКС 75.160.20

Ключевые слова: сжиженные углеводородные газы, пропан-пропиленовые смеси, газовая хроматография, определение углеводородов

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 04.04.2016. Подписано в печать 18.04.2016. Формат 60×84½. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,95. Тираж 33 экз. Зак. 1090.