ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

КӨМІРСУТЕКТІ СҰЙЫТЫЛҒАН ГАЗДАР

Сынаманы бағанаға енгізу арқылы газ хроматографиясы әдісімен қалдықты анықтау

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение остатка методом газовой хроматографии с помощью ввода пробы в колонку

(ASTM D 7756-2013 Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, IDT)

ҚР СТ ASTM D 7756-2015

Осы ұлттық стандарт мына стандарттар негізінде құрастырылған ASTM D7756–13, Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, авторлық құқық иесі ACTM Интернэшнл, PA 19428, АҚШ. ACTM Интернэшнл рұқсатымен қайта басылады

Ресми басылым

Қазақстан Республикасының Инвестиция мен даму министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

КӨМІРСУТЕКТІ СҰЙЫТЫЛҒАН ГАЗДАР

Сынаманы бағанаға енгізу арқылы газ хроматографиясы әдісімен қалдықты анықтау

(ASTM D 7756-2013 Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, IDT)

ҚР СТ ASTM D 7756-2015

Осы ұлттық стандарт мына стандарттар негізінде құрастырылған ASTM D7756–13, Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, авторлық құқық иесі ASTM Интернэшнл, PA 19428, АҚШ. ASTM Интернэшнл рұқсатымен қайта басылады

Ресми басылым

Қазақстан Республикасының Инвестиция мен даму министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Мұнай және газ ақпараттық-талдау орталығы» акционерлік қоғамы **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**.

2 Қазақстан Республикасының инвестиция және даму бойынша министрлігінің техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2015 жылғы 30 қарашадағы № 247-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ASTM D 7756-2013 Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, (Көмірсутекті сұйытылған газдар. Сынаманы бағанаға енгізу арқылы газ хроматографиясы әдісімен қалдықты анықтау) американдық стандартпен бірдей.

ASTM D7756–13 материалдар, өнімдер, жүйелер және қызметтер үшін әзірленетін және басылымға шығарылатын американдық еркін ұйымымен дайындалған.

Осы ұлттық стандарт ASTM D7756–13 Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection стандарт негізінде әзірленді, авторлық құқық иесі ACTM Интернэшнл, PA 19428, АҚШ. ACTM Интернэшнл рұқсатымен қайта басылымға шығарылады

Ағылшын тілінен аударылған (en).

Еуропалық стандарт негізінде Осы стандарт әзірленген және сілтемелер берілген ресми данасы нормативті техникалық құжаттың Біріңғай мемлекеттік қорында бар.

«Нормативтік сілтемелер» тарауында және стандарт мәтінінде сілтемелік стандарттар өзектендірілген.

(Мемлекетаралық) стандарттардың сілтемелі американдық стандарттарына сәйкестігі туралы мәлімет қосымша В.А Қосымшасында келтірілген.

Сәйкестік дәрежесі – бірдей (IDT).

4АЛҒАШҚЫ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

5 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2022 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

Осы стандарттың өзгерістері туралы ақпарат жыл сайын басып шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық нұсқауында, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні – ай сайын басып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық нұсқауында жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (ауыстырған) немесе күші жойылған жағдайда тиісті хабарлама ай сайын басып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық нұсқауында жарияланатын болады.

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Инвестициялар және даму министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толығымен немесе ішінара шығарылмайды,көбейтілмейді және таратылмайды.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

КӨМІРСУТЕКТІ СҰЙЫТЫЛҒАН ГАЗДАР

Сынаманы бағанаға енгізу арқылы газ хроматографиясы әдісімен қалдықты анықтау

Енгізілген күні 2017-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт газдық хроматография әдісімен сұйытылған көмірсутек газдағы ерігіш көмірсутекті затты (майлы қалдықтар) анықтау әдісін белгілейді.

Ескертпе – Көмірсутекті заттар сұйытылған көмірсутек газына қарағанда ұшпалылығы аз. (СКГ).

1.2 Осы стандарт қайнау температурасы 174 °С - 522 °С (C_{10} - C_{40}) құрайтын СКГ бар 10 бастап 600 мг/кг (млн$^{-1}$) дейінгі диапазонда қалдық санын анықтауға мүмкіндік береді. Жоғары қайнау температуралы заттар мен хроматографикалық бағанға жабысқан заттар анықталмайды.

1.3 «Х3» және «Х4» қосымшаларда осы стандартта сипатталған қосымша техникалық құралдар мен үдерістерді қолдану әдістері келтірілген. «Х3» қосымшада анализ диапазонын бензолға дейін ұлғайтуға мүмкіндік беретін анализ өткізу әдістері келтірілген, ал «Х4» қосымшада СКГ бар диизопропаноламин анализ әдісінің сипаттамасы келтірілген, .

1.4 Өлшем бірлігі — ӨЖ бірліктерінде көрсетілген мәндер стандартты ретінде қарастырылуы қажет. Жүйедегі көрсетілген жақшадағы мәндер анықтама үшін ғана көрсетілген.

1.5 Пайдалануына қатысты қарастырылған қорғаныс сұрақтары бар болса, осы стандартқа енбейді. Тиісті қауіпсіздік шаралары мен еңбек гигиенасы және оларды қолданар алдындағы нормативті шектеулердің қолданылуы бойынша іс-шараны ұйымдастыру берілген стандарт тұтынушысының жауапкершілігінде болады.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін келесі нормативтік сілтемелер қажет. Датасы көрсетілген сілтемелер үшін сілтеме құжаттың тек көрсетілген басылымын, ал датасы көрсетілмеген сілтемелер үшін сілтеме құжаттың соңғы басылымын қолданады (барлық өзгерістерімен бірге):

ASTM D1265-11, Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method (Сұйытылған көміртекті газдардың сынамаларын іріктеудің стандартты әдісі (СКГ), қолмен іріктеу).

ASTM D1835-13, Specification for Liquefied Petroleum (LP) Gases (Сұйытылған көміртекті газдардағы стандартты спецификация (СКГ)).

ASTM D2158-11*, Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases (Сұйытылған көмірсутекті газдардағы қалдық құрамын анықтаудың стандартты әдісі (СКГ)).

ASTM D2163-05, Test Method for Analysis of Liquefied Petroleum (LP) Gases and Propene Concentrates by Gas Chromatography (Пропан / пропилен қоспаларында газдық хроматография көмегімен сұйытылған көміртекті газдардағы көміртек құрамын анықтаудың стандартты әдісі).

ASTM D2421-13, Practice for Interconversion of Analysis of C_5 and Lighter Hydrocarbons to Gas-Volume, Liquid-Volume, or Mass Basis (Стандарттық әдіс. C_5анализінің газ - көлем, сұйықтық - көлем немесе салмақтық негізге өзара қайта есептеу).

ASTM D2598-12*, Practice for Calculation of Certain Physical Properties of Liquefied Petroleum (LP) Gases from Compositional Analysis (Зат құрамы анализі әдісімен сұйытылған көміртекті газдардың анықталған физикалық құрамын есептеу әдісі).

ASTM D3700-14*, Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder (Қалқымалы поршеньді цилиндрді пайдалану арқылы сұйытылған көміртекті газдардың сынамасын алу стандартты әдісі).

ASTM D6299-13, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Талдамалы өлшеу жүйелерінің жұмыс сипаттамасын бағалау үшін статистикалық сапасын қамтамасыз ету әдістері мен бақылау карталары әдістерінің қолдану әдістемесі).

ASTM D6300-15, Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Мұнай өнімдері мен майлау материалдарын сынау әдістемесінде пайдалануға арналған дәлдік пен кемшіліктерді анықтау әдістемесі).

ASTM D6667-14, Test Method for Determination of Total Volatile Sulfur in Gaseous Hydrocarbons and Liquefied Petroleum Gases by Ultraviolet Fluorescence (ультра күлгін флоуресценция көмегімен газ тәріздес көмірсутектерде және сұйытылған мұнай (жолай) газдарындағы ұшпалық күкірттің жалпы құрамын анықтаудың стандартты әдісі).

E355-96, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships (Газдық хроматографияның терминдері мен анықтамалары бойынша басшылық).

E594-96, Practice for Testing Flame Ionization Detectors Used in Gas or Supercritical Fluid Chromatography (Газдық хроматографияда пайдаланылатын жалынды - иондалған детекторлардың сынауы бойынша басшылық).

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта сәйкес анықтамалары бар келесі терминдер мен анықтамалар қолданылады:

3.1 Хроматографияға қатысты анықтамалар (Definitions of Terms Concerning Chromatography): Осы стандартта газдық хроматографияны өткізудің жалпы әдістемелеріне, терминдер мен анықтамаларға үлкен көлемдегі сілтемелер бар. Газдық хроматография жұмысына қатысты қосымша терминологияны E 355 және E594 Басшылықтарында табуға болады .

3.2 Сұйытылған көмірсутекті газға қатысты анықтамалар (Definitions of Terms Concerning Liquefied Petroleum Gases): Осы стандартта ASTM D1835 техникалық шарттарында сипатталған сұйытылған көмірсутекті газдарды анықтау сілтемелері бар.

3.3.Берілген стандартқа қатысты терминдер анықтамасы:

3.3.1 Жоғары қысымдағы сұйытылған газ инжекторы, зат есім (high pressure liquefied gas injector, n):Енгізгенде сұйық формасын сақтап қалалуын қамтамасыз ететін қысымда және бөлме температурасында хроматографикалық бағанға сұйытылған газ сынамасын енгізуге арналған құрылғы.

3.3.2 Қысым беретін орнатқыш, зат есім. (pressure station, n): сәйкес сынама алғашқы жоғары қысымдағы азотты беруді қамтамасыз ететін құрылғы енгізген кездегі сұйық формасын сақтап қалуды қамтамасыз етеді.

4 Әдістің қысқаша сипаттамасы

4.1 СКГ сынама алғышында азот пен гелий арқылы қысымды 2500 кПа (363 psi) көтереді.

4.2 Қоршаған орта температурада сұйық фазада сынаманы енгізу жүйесін СКГ жуып шаяды.

4.3 Сынаманы енгізу құрылғысын жуып шайғаннан кейін газдық хроматограф инжектор саңылауына орнатылады; СКГ (уақыт іске қосылады 25 мс (30 мкл)) үлкен көлемдегі сынама бағанының суық енгізу инжекторына кіретін жоғары қысым қақпағы мен ине арқылы беріледі.

4.4 Газдық хроматограф жеңіл СКГ фракциясы жинақталатын талдау үшін және құрауыш бөліктер жиналатын еріткішті үрлеу қақпағымен қамтылған.

4.5 Анықталған мұнай қалдығы кіші бағанада ұстап тұрады.

4.6 СКГ бұрып жібергеннен кейін кіші бағанадағы ағын талдау бағанына ауыстырылады және температуралық бағдарлама іске қосылады.

4.7 Мұнай қалдығы ажырайды, оның құрамы компоненттерінің қайнау температурасы негізінде анықталады.

4.8 Қалдықтың жалпы көлемі C_{10}-C_{40} (174 °C - 522 °C) сәйкес болжамдалған диапазонда аудандарды қосу арқылы анықталады.

5 Мәні мен қолданылуы

5.1 ASTMD 1835 сәйкес бар қалдыққа бақылау СКГ соңғы қолдануы үшін ерекше маңызды. СКГ майлы қалдық өндіріс, тасымалдау немесе сақтау кезеңінде пайда болуы мүмкін ластаудың себебі болады.

5.2 Қалдықты анықтаудың әдісі аз уақытта талап етеді және қол әдістерімен салыстырғанда, яғни, қалдық көлемін көзбен шолып немесе гравиметрлік есептеумен үлкен көлемдегі сынамаларды жою негізіндегі ASTM D2158 стандартта сипатталған әдіс сияқты, дәлірек болып табылады.

5.3 Осы әдіс жалпы қалдықтың 10 мг/кг тең, шекті сандық анықтаумен қалдықтың ауыр (майлы) компоненттерін дәлірек өлшеуге мүмкіндік береді.

5.4 Осы әдіс пайдалану кезінде сандық нәтижелер сияқты алуға болады және қайнау температурасының диапазоны және нақты ластау затының пайда болу көзін іздеу кезінде төтенше пайдалы болатын фингерпринт сияқты ақпараттарды алуға болады.

6 Аспаптар

6.1 Газдық хроматограф (ГХ)— үлкен көлемді (LVOCl) сынаманы бағанаға суықтай енгізу инжектері бар, сызықтық температураны басқару бағдарламасымен бағана термостаты бар және жалынды - иондалған детекторы (ЖИД) кез келген газды хроматографикалық аспап. Термо реттегіштің ұстап тұру уақытының сәйкестігін талдау кезінде 0,05 мин (3 с) тең болуы керек.

6.2 Мәліметтерді жинақтау — хроматографиялық детектор сигналын көрсету үшін және шық ауданының интеграциясы үшін кез келген біріктірілген құрылғыны немесе мәліметтерді жинақтаудың компьютерленген жүйесін пайдалануға болады.

6.3 Еріткішті үрлеу қақпағы — сынаманың үлкен бөлігін бұруға арналған реттелетін қақпақ.

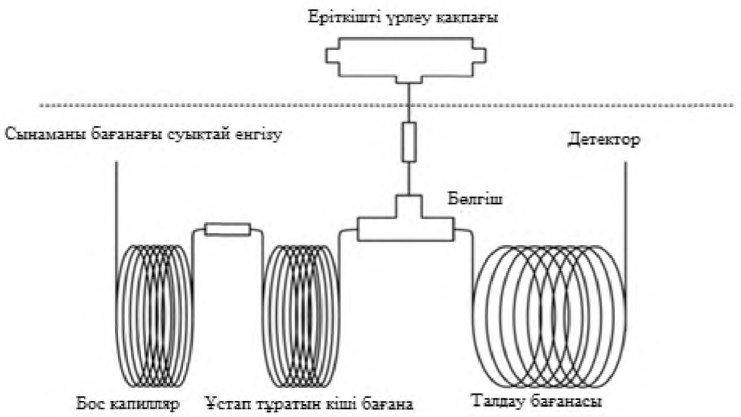
6.4 Бос капилляр — жабынсыз тот баспайтын болаттан жасалынған. Ойдағыдай қолданылатын бағаналар және қолдануға арналған олардың шарттары 1 кестеде келтірілген.

6.5 Ұстап тұратын кіші бағана — полидиметилсилоксаннан жасалған жылжымайтын фазасы бар бағана және оларды қолдану шарттары 1 кестеде келтірілген.

6.6 Талдау бағанасы — полидиметилсилоксаннан жасалған жылжымайтын фазасы бар бағана. Ойдағыдай қолданылатын бағаналар және қолдануға арналған олардың шарттары 1 кестеде келтірілген.

6.7 Бағана муфтасы — Байланыстыратын құрылғы — бос капиллярды кіші бағанамен байланыстыру үшін сәйкес келетін герметикалық муфта. (ГХ термостаттың ішіндегі байланыстырудың және еріткішті үрлеу қақпағын байланыстырудың 1 суретін қарау керек).

6.8 Бағаналарды бөлгіш — бір жағынан кіші бағандарды талдау бағанасымен герметикалық байланыстыру ретінде, басқа жағынан белсендірілген капилляр пайдаланылатын бөлгіш (ГХ термостаттың ішіндегі байланыстырудың және еріткішті үрлеу қақпағын байланыстырудың 1 суретін қарау керек).

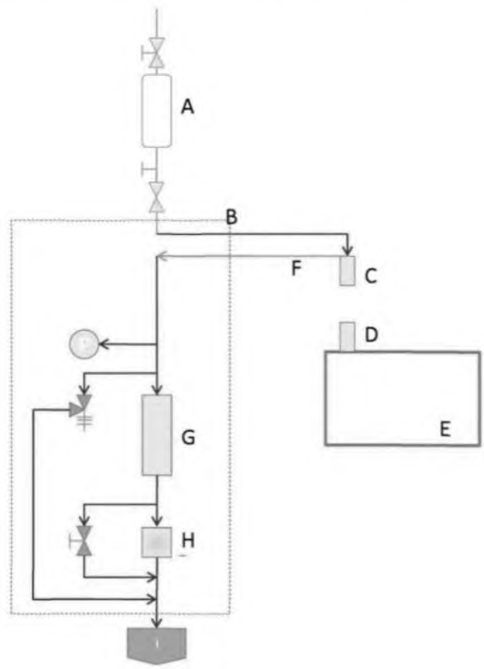


1 сурет - ГХ бағанда термостат ішіндегі байланысының және еріткішті үрлеу қақпағы байланысының орналасу сұлбасы

6.9 Жоғары қысымдағы сұйытылған газ инжекторы — ГХ сынаманы енгізудің саңылауына енгізіледі, содан кейін қақпақ істен шығады және сынаманы ажыратусыз ГХ жүйесіне алдын ала аликвот береді, инемен тікелей байланысқан жоғары қысымдағы қақпақ. (2 суретін қарау керек).

2 сурет–Жоғары қысым қақпағы

6.10 Қысымды түсіру станциясы — тұрақты қысым кезінде сынаманы сұйық фазада енгізуді қамтамасыз етеді. Әдеттегі конфигурация3 суретте көрсетілген.



Сынама алғыш
- B Сынаманы енгізу сызығы
- C Сынаманы енгізу құрылғысы
- D Бағанаға сынаманы суықтай енгізу
- E Газдық хроматограф
- F Сынаманы шығару
- G Ротаметр
- H Буландырғыш
- I Ағызу жүйесі
- P Манометр

3 сурет–Қысымды түсіру құрылғысының әдеттегі конфигурациясы

6.11Бағананың әдеттегі сұлбасы —1 суретін қарау керек.

6.12 Әдеттегі жұмыс шарттары —1 кестесін қарау керек.

1 кесте–Стандартты жұмыс шарттары

Термостат бағдарламасы	3 мин ішінде 35°C 25 °C/мин кезінде 35 °C - 340°C 10 мин ішінде 340°C
Сынаманы енгізу бағдарламасы	Үлгі: суық іске қосу тікелей бағана 3 мин ішінде: 65°C температура 25 °C/мин кезінде 55 °C - 340°C 9 мин ішінде340°C
Детекторды реттеу	Ауа шығыны: 400 мл/мин Сутегі шығыны: 40 мл/мин Қосылатын газ шығыны: 45 мл/мин Температура: 350°C Мәліметтерді беру жылдамдығы: 20 Гц
Бағана Қысымды түсіру құрылғысы	Бос капилляр: Ішкі диаметрі 0,53 мм және 5 м ұзындықтағы Sulfinert[A)]тот баспайтын болаттан жасалған капилляр Үстап тұратын кіші бағана: 3 м 100% Диметилполисилоксан: 0,53 мм, 2,65 мкм Талдау бағанасы: 100% Диметилполисилоксан 30 м, 0,32 мм, 0,25 мкм Сынама ағыны 2 мл/мин Азот қысымы: 2500 кПа Азотпен үрлеу қысымы: 500 кПа
Сұйытылған газ инжекторы	Енгізу: 25 мс

[A)] SulfinertатауыSilcoTek, 112 BennerCircle, Bellefonte, PA 16823, www.SilcoTek.com тауарлық атауы болып табылады

7 Реактивтер мен материалдар

7.1 СКГкалибрленген қоспадағы минералды май — минералды май бар СКГ сертификатталған калибрленген қоспа. Минералды май концентрациясы СКГсынамадағы ластау заттарының болжамдалған концентрациясына тең болуы керек.

7.2 Пентанның калибрлеу қоспасындағы минералды май — пентанда минералды калибрлеу қоспасының стандартын әзірлеу. Минералды майдың өлшенген мәнін миллиграмға дейін жазу керек және концентрациясын мг/кг есептеу керек. Минералды майдың концентрациясы СКГ сынамадағы ластау заттарының болжамдалған концентрациясына тең болуы керек.

7.2.1 Бөлме температурасы кезінде сұйықтық болатын пентандағы стандарт теріс температуралар кезінде сәйкес контейнерлерде сақталуы керек және пайдаланар алдында сынама алғышқа ауыстырылуы керек. Басқа жағдайда стандарттарды ауа өткізбейтін баллондарда сақтау керек.

7.3 Минералды май немесе біржақты көмірсутекті фракция C_{10}-C_{40} диапазонында қайнау температурасы бар. Басқа жағдайда фракция C_{10}-C_{40}диапазонында дәл анықталған біржақты көмірсутекті фракция сынамада ластандырғышпен сандық және сапалық салыстыруды орындау үшін пайдаланылуы мүмкін. C_{10}-C_{40}диапазонынан айтарлықтай шықпайтынына кепілдік беру керек.

7.4 Салыстыру стандарты, пентандағы минералды май — пентандағы минералды май салыстыру стандартын айқындау. Минералды майдың дәл өлшенген мәнін миллиграммға дейін жазу керек және концентрациясын мг/кг есептеу керек. Минералды майдың концентрациясы СКГ сынамадағы ластау заттарының болжамдалған концентрациясы сияқты болуы керек.

7.5 N-алкана ұстап тұру уақытының стандарты - кем дегенде C_{10} және C_{40} 5 мг/л концентрацияда болатын, пентан немесе гептан ерітілген қоспа.

7.6 Еріткіш — пентан ГХ.

8 Қауіп-қатерлер

8.1 СКГ өртке қауіптің айтарлықтай қатері бар және СКГ қайнау температурасы минус 41 °С дейін жететін болса, қату қауіпі бар. Жану немесе өртті алдын алу үшін қауіпсіздікке және терінің СКГ контактісінен жеке қорғау заттарын киюіне сәйкес шараларын қабылдау керек.

8.2 Зертхана желдеткішінің дұрыс жүйесін пайдалану талап етіледі.

8.3 Дұрыс түсіру сызығын құрастыру талап етіледі. Осы сызыққа қысымды түсіру құрылғысы және инжектор қосылуы керек. Түсіру сызығын шығарғышы ғимараттан тыс орналасуы керек.

8.4 Қысымды түсіру құрылғысы, цилиндр, инжектор және бақылағыш жерге тұйықталуы керек

9 Аспаптарды дайындау

9.1 Газдық хроматограф — орнатып және өндірушінің нұсқаулығына сәйкес жұмыс істеуін тексеру керек Әдеттегі жұмыс шарттары 1 кестеде көрсетілген.

9.2 Қысымды түсіру құрылғысы — өндірушінің нұсқаулығына сәйкес құрастыру керек. Сынамаға үрлеу жүргізу және ағыстығына мұқият тексеру керек.

9.3 Жоғары қысымдағы сұйытылған газ инжекторы — өндіруші нұсқаулығына сәйкес құрастырылуы керек.

9.4 Бағаналар конфигурациясы —1 суретте көрсетілгендей құрастырылуы керек. Метрлік көлемнің төменгі байланысын пайдалану керек, ағыстыққа тексеру керек.

10 Калибрлеу

10.1 Бір нүктелі калибрлеу аспапты қосу кезінде орындалады, сынама нәтижесі 14 тарауға сәйкес SQC статистикалық сапа бақылауымен рұқсат етілген мәндерден тыс шықса немесе аппараттық қамтамасыз етуге немесе газды жіберу, немесе олардың байланысына өзгерістер енгізгеннен кейін.

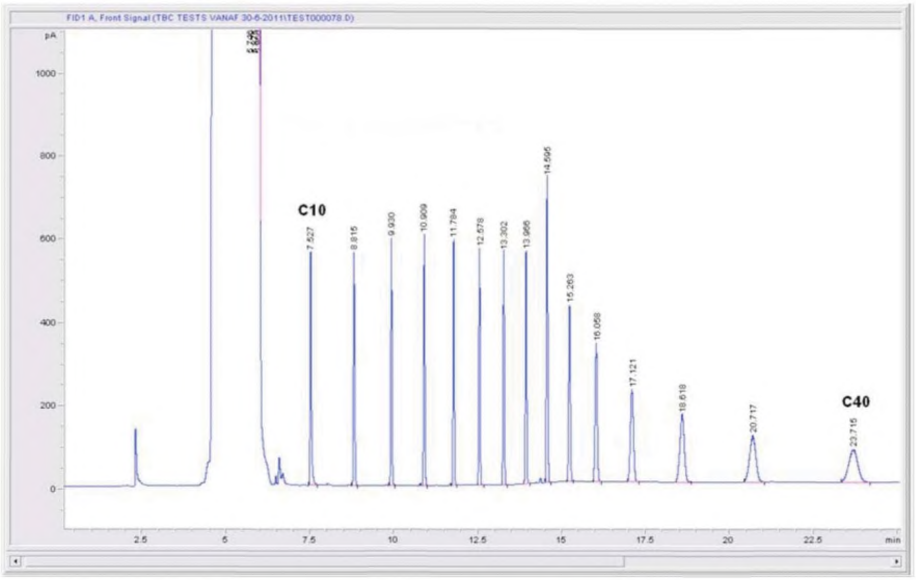
10.2 Сынаманың болжамдалған диапазонында жүйенің сызықтығын тексеру үшін сызықтыққа тексеру жүргізу керек. Қосымша ақпаратты «Х5» қосымшасында қарау керек.

10.3 Сынаманы енгізбестен іске қосу. ГХ базалық сызығы тұрақтанғанша дейін қосылып тұруы керек. Талдаудың екі циклдік ретімен орындалған кіру және шығу сигналдары 5 % артық емес ерекшеленеді. Негізгі сызықтың тұрақсыздығы аққыштықпен, детектордың газдарымен, бағанадан элюирленбеген жоғары қайнатылатын компоненттер немесе заттармен тудырылуы мүмкін. Калибрлеудің, тексерудің немесе сынамаға талдау циклінің соңында сигнал биіктігі (пА) осы қалпында жұмыс істеп тұрған негізгі сызыққа тең және жоғары болуы керек. Негізгі сызықтан 5% артық емес сигнал биіктігі нашар дайындалған бағана туралы немесе 522 °С қайнау температурасынан жоғары сынаманың компоненттерін элюирленген туралы куәландырылуы мүмкін. Бағанаға техникалық мәліметтер бетінде бағаналарды дайындау бойынша нұсқаулықты қарау керек.

10.4 Стандарттың n-алкана ұстап тұру уақытын анықтау керек (7.6) және C_{10} мен C_{40} үшін ұстап тұру уақытын орнату керек. Еріткіш пен бірінші қалыпты алкана (C_{10}) шыңы арасындағы негізгі сызық бөлінуі керек.

Егер бөліну жеткіліксіз болса, бағдарламаның температурасын реттеу, негізгі сызыққа қайда орнықтыруды орындау, содан кейін стандарттың ұстап тұру уақытын қайта анықтау. Мысал 4 суретте көрсетілген.

10.5Калибрлік қоспаны талдау. Калибрлік қоспа СКГ қоспасы немесе пентан болып табылады (7.1 және 7.2 қарау керек).



4 сурет - C_{10}-C_{40}аралығындағы құраушы бөліктер хроматограммасы

10.6 C_{10}-C40 аралығындағы ауданды қосып жалпы майлы қалдықты анықтау.

10.7 Концентрацияның белгілі мәнін жалпы ауданға қатынасы ретінде сезімталдықтың теоретикалы коэффициентін анықтау, бұл коэффициентті белгісіз құбырларды есептеу үшін пайдалануға болады, сынаманың барлық компоненттері сезімталдықтың бірдей коэффициенттерінен тұратынын еске алу керек.

10.8 Сұйытылған газ инжекторы көмегімен салыстыра сынаманы талдау керек. Сынамаға талдауды бастамас бұрын күніне бір рет сынаманы талдауға салыстыру жүргізу керек. сынаманы талдауға салыстыру нәтижесі 14 тарауға сәйкес SQC сапаның статикалық бақылауымен рұқсат етілген мәндері шегінен тыс шыққан жағдайда, қайта талдау жүргізу.

11 Үдеріс

11.1 ASTMD 1265 немесе ASTMD 3700 сәйкес алдын-ала сынамаға іріктеу жүргізу.

11.2 Қысымды түсіру құрылғысына сынама алғышты қосу керек және қысымды шамамен (2500 ± 200) кПа (363 ± 29)psi түсіру керек. Сынаманы енгізудің өлшемін қайталануына кепілдік беру үшін көрсетілген қысымды ұстап тұруы керек және дәл қайталау керек.

11.3 Сынама алғышты екі жағынан да ашып және шамамен 5 мл/мин шығын кезінде үш минут ішінде сынаманы жуу керек.

11.4 Сынаманы енгізу (2500 кПа кезінде қосу импульсі 25 мс, бұл шамамен 30 мкл сәйкес келуі керек).

11.5 Әрбір сынаманы екі рет талдау керек. Екі талдаулар нәтижелері арасындағы ерекшелік 5 % артық болса, қосымша өткізуді орындап, бір біріне жақын екі нәтижелерді алу керек.

11.6 Сынаманы енгізгеннен кейін сынама алғышты жауып, келесі сынаманы енгізу үшін 11.3 қадамын қайталау керек Талдаудың барлық циклдері аяқталғаннан кейін сынама алғышты жауып, жүйедегі қысымды көтеру керек. Сынама алғышты алу керек.

11.7 C_{10}- C_{40} аралығындағы ауданын қосып, жалпы майлы қалдығын анықтау керек.

11.8 Салыстыру сынамасын енгізу үшін сынама алғышты стандартпен толтырып, СКГ сынамаларды енгізу үдерісінде сипатталған қадамдарды орындау керек.

12 Есептеу және нәтижелерді өңдеу

12.1 Матрица шыңы мен C_{10} арасындағы бөліну қалдықты дұрыс біріктірілуі жеткілікті болуына көз жеткізу керек. Мысал 5 суретте көрсетілген.

12.2 C_{10}ұстап тұру уақытынан немесе еріткіштің шың нүктесінің еңісі минимумға жеткенде біріктіруден бастау керек. Бұл нүкте пА өрнектелген, негізгі сызықтың екі еселенген мәнінен жоғары емес орналасуы керек.

12.3 Есептеме сезімталдық коэффициентіне және сынама мен калибрлеу қоспасы арасындағы тығыздықтың айырмасына түзету ретінде негізделген. Сынама мен калибрлеу қоспасы арасындағы тығыздықтың айырмасына түзету ASTM D 6667 («X1» қосымшасын қарау керек) әдістемесінде көрсетілгендей орындалуы керек.

12.4 Калибрлік қоспа негізінде сезімталдық коэффициентін есептеу (1) формула бойынша есептелінеді:

$$Rf = Scg/Ac \qquad (1)$$

Мұнда Rf= сезімталдық коэффициенті,

Scg= СКГ калибрлік стандартта немесе пентанда сынамадағы минералды майдың құрамы, массада мг/кг

Ac= СКГ калибрлік стандартта немесе пентанда C_{10} -C_{40} аралығында шық нүктесінің жалпы ауданы.

12.5 Сынама қалдығының концентрациясын есептеу; егер калибрлік қоспа және сынамада бірдей тығыздық болса, (2) формула бойынша есептелінеді:

$$S = Area \cdot Rf \qquad (2)$$

Мұнда S = сынамадағы минералды майдың құрамы, мг/кг,

Area = сынамада C_{10} -C_{40}аралығында шық нүктесінің жалпы ауданы

Rf = сезімталдық коэффициенті= калибрлік стандартта минералды май құрамы, мг/кг, ауданға бөлінген.

12.6 (3) формула бойынша есептелінетін тығыздықтағы ерекшелікті түзетумен сынама қалдығы концентрациясын есептеу калибрлік қоспа мен сынама әртүрлі тығыздықтан тұрса пайдаланылады.

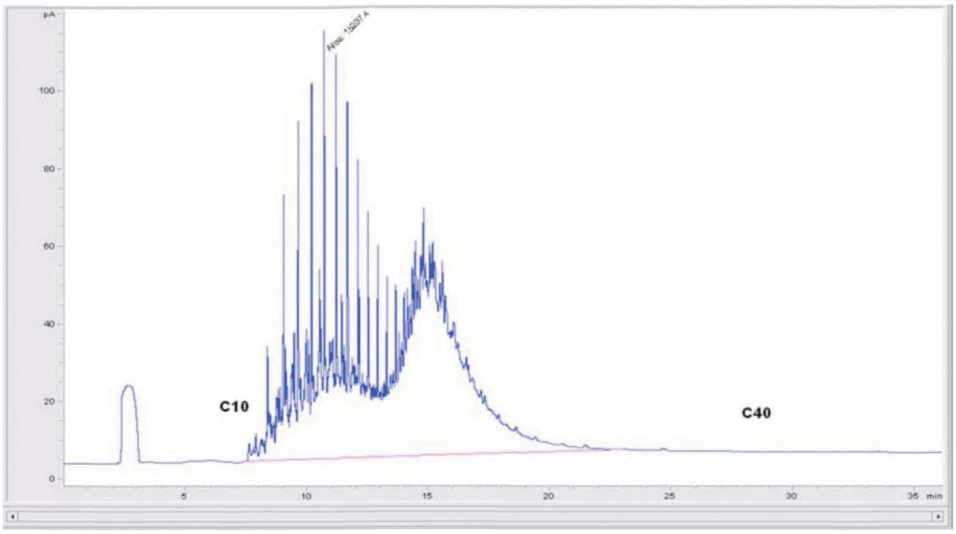
$$S = Area \cdot Rf \cdot Dc/D \qquad (3)$$

мұндаS= сынамадағы минералды майдың құрамы, мг/кг,

Area= сынамада C_{10} -C_{40} аралығында шық нүктесінің жалпы ауданы

Rf = сезімталдық коэффициенті= калибрлік стандартта минералды майдың құрамын, мг/кг, ауданға бөлу.

D =өлшеу температурасы кезінде сынама ерітіндісінің тығыздығы, г/мл
Dc = өлшеу температурасы кезінде калибрлік стандарттың тығыздығы, г/мл.



5 сурет - 50 мг/кг көлеміндегі минералды май хроматограммасы

13 Есептілік

13.1 Есептемеде қалдықты анықтаудың Осы әдісіне сілтеме ретінде мг/кг дейін дәлдікпен СКГ майлы қалдық нәтижелерін беру.

14 Сапаны бақылау

14.1 Әрбір калибрлеуден кейін және күніне бір реттен артық емес қолданылатын сынамаларға талдауды салыстыру жолымен (7.4 қарау керек) аспаптық жұмысын түзеу немесе талдау әдісінің дәлдігін растау керек.

14.2 Сынау зертханасында бақылаудың / сапаны қамтамасыз етудің рәсімделген протоколы болса, олар сынау нәтижелерінің сенімділігін растау үшін қолданылуы мүмкін.

14.3 Бақылаудың / сапаны қамтамасыз етудің рәсімделген протоколы болмаса бақылаудың / сапаны қамтамасыз етудің жүйесі ретінде «Х2» қосымшасын пайдалануға болады.

15 Дәлме дәлдік және жүйелік қателік

15.1 Дәлме дәлдік — Осы талдау әдісінің дәлме дәлдігі ASTM D6300 әдістемесіне және ASTM рәсімдеу бойынша нұсқау А21.2.3 тарауына сәйкес анықталды. Дәлме дәлдік 7 тәуелсіз зертханалық құрылғы және операторлар көмегімен бес сынама талдауын қосатын 2012 жылдың зертханааралық зерттеулері негізінде анықталды. Нәтижелер диапазоны 6.1 - 640.8 мг/кг аралығындағы төменде келтірілген r және R теңдіктерге қолданылады. 2 кестеде қалдықтың әртүрлі концентрациясы үшін мәндер мысалы келтірілген.

15.1.1 Қайталанғыштық —сынау нәтижелері бірдей сынау объектілеріне ұқсас бір әдіспен, бір зертханада, бір оператормен күнделікті жұмыс барысында ұқсас сынау материалдары үшін қысқа бір уақыт аралығында ұзақ өткізілімде сынау әдісінің дұрыс режимінде бір құрылғыны қолданған кезде қайталанған жағдайда 20 жағдайдың тек біреуінде көрсетілген мәннен асады.

Қайталанғыштық (r) = 0.1453 · (X)0.8292 мг/кг

Қайталанғыштықтың стандартты ауытқуы = қайталанғыштық шегі/2.77

15.1.2 Жаңғыртушылық — сынаулардың екі бөлек тәуелсіз нәтижелеріндегі шарттар әртүрлі зертханаларда әртүрлі операторлармен алынған материалдың ұқсас сынау объектілерінде бір әдіспен алынған ұзақ уақыт ішінде әртүрлі құрылғыны қолданып сынау әдістемесін дұрыс ұстанған кезде тек 20 жағдайдың біреуіне ғана көрсетілген мәндерден асады.

Жаңғыртушылық (R) = 0.7929 · (X)0.8292 мг/кг

Жаңғыртушылықтың стандартты ауытқуы= қайталанғыштық шегі/2.77

15.2 Жүйелік кемшілік — берілген үдеріс үшін жүйелік кемшілік туралы мәлімет жоқ, себебі сынауды берілген нәтижелері берілген анализ әдісі аумағында анықталған.

2 кесте- Майлы қалдықтардың әртүрлі концентрациясына болжалды r және R мәндер

Қалдықтың майлылық деңгейі (мг/кг)	R	r
10.0	5.35	0.98
50.0	20.32	3.72
100.0	36.11	6.62
250.0	77.20	14.15
600.0	159.54	29.24

X1 Қосымшасы
(ақпараттық)

X1 СКГ тығыздық есебі мен қалдық мәнінің түзетуі

X1.1 Негіздеу және әдістеме шолуы

X1.1.1 ГХ сұйытылған газ инжекторы арқылы енгізілетін сынама массасы сынама қысымына, уақытқа және сынама тығыздығына байланысты. Анализдің аналитикалық тәсілінде қысымның тұрақты мәндері мен уақыты орнатылады. Енгізілетін масса өзгерісі СКГ сынамасы мен калибрлік қоспа арасындағы (тығыздығының да) құрамда өзгешелік байқалады (мысалы, калибрлік стандарттар пентан негізінде даярланған).

X1.1.2 мг/кг көрсетілген қалдық санының соңғы нәтижесі әртүрлі енгізілетін массаны ескерумен реттеуді талап етеді. Ол үшін калибрлік матрица мен сынама матрицасының тығыздық мәнін білу қажет.

X1.1.3 Егер сынама тығыздығы тура өлшеу арқылы анықталмаса, СКГ анализ құрамы көмегімен D2598 әдістемес бойынша есептеуге болады. Тығыздықты өлшеуге арналған формула сұйық фаза көлеміне пайыздық қатынаста болуын талап етеді.

X1.1.4 СКГ құрамын ГХ әдістері арқылы оңай анықтауға болады, бұл сәйкесінше, D2163 анализ әдістемесіне сай келеді. Анализдің берілген әдісі сынаманың негізгі компоненттерінің фаза сұйықтығы көлеміне пайыздық қатынаста болатын нәтижелерді ұсынуды болжайды. Егер де зертханалық аналитикалық нәтижелер салмақтық, немесе газ - көлем (моль) % негізінде болса, сұйықтық - көлемдегі % эквивалентті мәндер есеп беруінде көрсетілуі үшін D2421 әдістемесінде келтірілген өзара қайта есептеу ережесі қолданылуы мүмкін.

X1.1.5 Есептеудің төменде келтірілген мысалында D2421 және D2598 әдістемелерде көрсетілген компоненттер құрамы пайдаланылды. GPA 2145 көрсетілген мәндер қажет болса өзгертілуі мүмкін. Толық ақпарат пен мәліметтерді жаңарту үшін әдістемені қарау керек.

X1.2 ASTM D 2421 әдістемеге сәйкес сұйықтыққа % массаларды өзара қайта есептеу %.

X1.2.1

$$Сұйықтық\ көлемі\ \%_x = 100 \times \frac{(масс.\ \%_x\ /салыстырмалы\ тығыздық_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp}(масс\%_n\ /салыстырмалы\ тығыздық_n)} \quad (X1.1)$$

Мұнда Сұйықтық көлемі $\%_x$–сынамада анықталған барлық сұйықтықтың көлемді пайызы,. #comp - мұнда x 1-ге тең.

Қатыстық тығыздық $_x$ -, x компонентін әрбір анықтау үшін (ASTM D 2421 әдістеме, 2 кесте, 3 бағаннан алынған) сұйықтық түрінде келтірілген мән.

масс. $\%_x$ - ГХ анализінен алынған әрбір анықталған компоненттің массалық үлесі.

$\sum_{n=1}^{\#comp}(масс\%_n\ /қатыстық\ тығыздық_n)$ - барлық анықталған компоненттердің қатыстық тығыздыққа n бөлінген массалық үлес сомасы $\%_n$.

X1.3 ASTM D 2421 әдістемеге сәйкес сұйықтыққа % (% газ көлемі) массаларды өзара қайта есептеу %.

X1.3.1

$$Сұйықтық\ көлемі\ \%_x = 100 \cdot \frac{(Молекулярлық\ масс.\ \%_x\ /көлемдік\ мөлшемі_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp}(Молекулярлық\ масс\%_n\ /көлемдік\ мөлшемі_n)} \quad (X1.2)$$

Мұнда Сұйықтық көлемі $\%_x$ – сынамада анықталған барлық сұйықтықтың көлемді пайызы,. #comp - мұнда x 1-ге тең.

#comp - сынамада анықталған барлық компоненттер саны, мұнда x 1-ге тең.

Көлемді үлес $_x$ - x компонентін әрбір анықтау үшін (ASTM D 2421 әдістеме, 2 кесте, 3 бағаннан алынған) әрбір компонентке келтірілген мән.

$\sum_{n=1}^{\#comp}$(Молекулалық масс$\%_n$ /*көлемдіүлес*$_n$)–барлық анықталған компоненттердің көлемді үлесіне $_n$ көбейтілген молекулалық масса сомасы %n.

Молекулалық масса $\%_x$ - ГХ талдауынан алынған әрбір анықталған компоненттің пайыздағы массалық үлесі (идеал газдың сұйық көлеміне тең %).

X1.3.1.1 ASTM D 2421 әдістемеде келтірілген кестеден алынған компоненттер құрамы. Метан, этан, пропан, изобутан, орташа бутан және пентанға арналған компоненттер құрамы X1.1 кестеде келтірілген.

X1.4 ASTM D 2598 әдістемесіне сәйкес салыстырмалы тығыздығын есептеу

X1.4.1

$$Салыстырмалы\ тығыздық\ _{қоспа}=\sum_{n=1}^{\#comp}\frac{(Сұйықты\ қкөлемі\ \%_x \times салыстырмалы\ тығыздық)}{100} \quad (X1.3)$$

Мұнда #comp - сынамада анықталған барлық компоненттер саны, мұнда x 1-ге тең.

Қатыстық тығыздық $_{қоспаның}$ - СКГ қоспасының қатыстық тығыздығы.

Қатыстық тығыздық $_x$–сұйықтықтың әрбір компонентіне қатыстық тығыздық, мұнда *x* 1-ге тең.

Сұйықтық көлемі $\%_x$ –анықталған барлық сынама компоненттерінің көлемді пайызы, мұнда *x* 1-ге тең.

X1.5 Есептеу үлгісі

X1.5.1. X1.1 кестеде СКГ құрамының гипотетикалық анализ негізінде болжалды есептеу үлгісі келтірілген. Хроматограммадағы болжалды анализ нәтижелеріне сәйкес пентанда аумағы 35 мг/кг тең майлы қалдық анықталған (қатыстық тығыздығы 0,631).

X1.5.2., 1 қадам–Сұйықтықтың көлемді пайызына қайта есептеу %:

$$Сұйықтық\ көлемі\ \%_x = 100 \times \frac{(масс.\ \%_x\ /салыстырмалы\ тығыздық_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp}(масс\%_n\ /салыстырмалы\ тығыздық_n)} (X1.4)$$

Компонент	% массалық үлесі	Сұйықтықтың салыстырмалы тығыздыққа бөлу [A]	Коэффициент	Сұйықтықтың көлемдік мөлшерін %, нормалау коэффициентіне көбейтілген (100/ 191,928)
Метан	0,00	0,3	0,00	0,00
Этан	0,05	0,35639	0,140	0,07
Пропан	78,45	0,50736	154,624	80,57
Изобутан	5,50	0,56293	9,770	5,09
Н-бутан	16,00	0,58407	27,394	14,27
Итого	100,00		191,928	100,00

Х1.1 кесте- Құрауыш бөліктің қасиеті

Компонент	% массалық үлесі
Метан	0,00
Этан	0,05
Пропан	78,45
Изобутан	5,50
Н-бутан	16,00

[A]Алынған жері: ASTMD2421 әдістеме, 2 кесте, 3 бағана.

Х1.5.3, 2 қадам—Қоспаның салыстырмалы тығыздығын есептеу:

$$Салыстырмалы\ тығыздық_{\ қоспа}=\sum_{n=1}^{\#comp}\frac{(Сұйықтықкөлемі\%_x\times салыстырмалы\ тығыздық)}{100}$$

$$Салыстырмалы\ тығыздық_{\ қоспа}=$$
$$=(\frac{0,007\times0,35639}{100})+(\frac{80,57\times0,50736}{100})+(\frac{5,09\times0,56293}{100})+(\frac{14,27\times0,58407}{100})=0,521(X1.5)$$

Х2 Сапаны бақылауға мониторинг

Х2.1 Сапа бақылауын зерттей отырып, сынаманың немесе сынау әдістемесінің сипаттамасын растау.

Х2.2 Өлшеу үрдісі мониторингі алдында берілген әдістемені тұтынушы орташа мән мен сапа бақылауының сынама бақылау шегін анықтауы қажет. ASTM D 6299 және MNL7[1)] әдістемесін қарау керек.

Х2.3 Барлық сынау үрдісінің статистикалық бақылауы статусын орнату үшін сапа бақылауы нәтижелерін жазып алу және бақылау карталары бойынша немесе басқа статистикалық эквивалентті әдістемелер көмегімен зерттеп шығу. ASTM D 6299 мен MNL7[1)] әдістемесін қарап шығу. Мәліметтерді негізгі себебін анықтау үшін бақылаудан тыс зерттеу. Берілген зерттеу нәтижелері сынаманың қайта калибрлеуін өткізуге болады, бірақ міндетті емес.

Х2.1 ескертпе —әдістемеде нақты талаптар болмаса Х2.4 –те сапа бақылауының мерзімділігі бойынша нұсқаулар келтірілген.

Х2.4 сынау үрдісі тұрақтығымен және тапсырыс беруші талаптарымен танылатын сапа бақылауының мерзімділігі өлшенетін сапаның сыншылдығына байланысты болады. Әдетте сапа бақылауы сынамасы штатты сынамаларды пайдалану арқылы күнде зерттеледі. Сапа бақылау жиілігі сынамалардың көп бөлігі мерзімді бақыланса ұлғаюы қажет. Егер де сынау нәтижелері статистикалық бақылау шегінде орналасқаны анықталса, сапаны тексеруге арналған сынау нәтижелері төмендеуі мүмкін. Сапа бақылауының сынама оқиғалығы мәліметтер дәлдігін тексеру үшін ASTM әдісі дәлдігіне мерзімді тексерілуі қажет. ASTM D 6299 және MNL7[1)]әдістемесін қарау керек.

Х2.5 Мүмкін болса, сапа бақылауының ұдайы сыналатын сынама типі репрезентативті болуы ұсынылады. Сапа бақылауы сынамасының жеткілікті қоры көрсетілген қолдану мерзімі аясында болуы керек, олар болжалды сақтау шарттарында біртекті және тұрақты болуы тиіс.

Х2.6 Сапа бақылауы әдістері мен карталарды түзу бойынша алдағы көрсетулермен . ASTM D 6299 және MNL7[1)]әдістемесін қарау керек.

[1)] MNL 7, мәліметтерді ұсыну мен бақылау картасы анализі бойынша басшылық, ASTM International.

Х3. C_7 - C_{10}көміртек атомы санымен бірге бензол, толуол және көмірсутек талдамасы

Х3.1 Бұл бөлімге қайнау температурасы 1 бөлімде есептелген көміртекті атом санымен C_{10}көмірсутектің қайнау температурасынан аспайтын ауыр фракция түрінде қалдықты анықтау бойынша әдістеме анализіне қосылған болаты (номиналды қайнау температурасы 174°С). Бензолды анықтамаға сынаулар (номинал қайнау температурасы 80°С) ойдағыдай өтті.

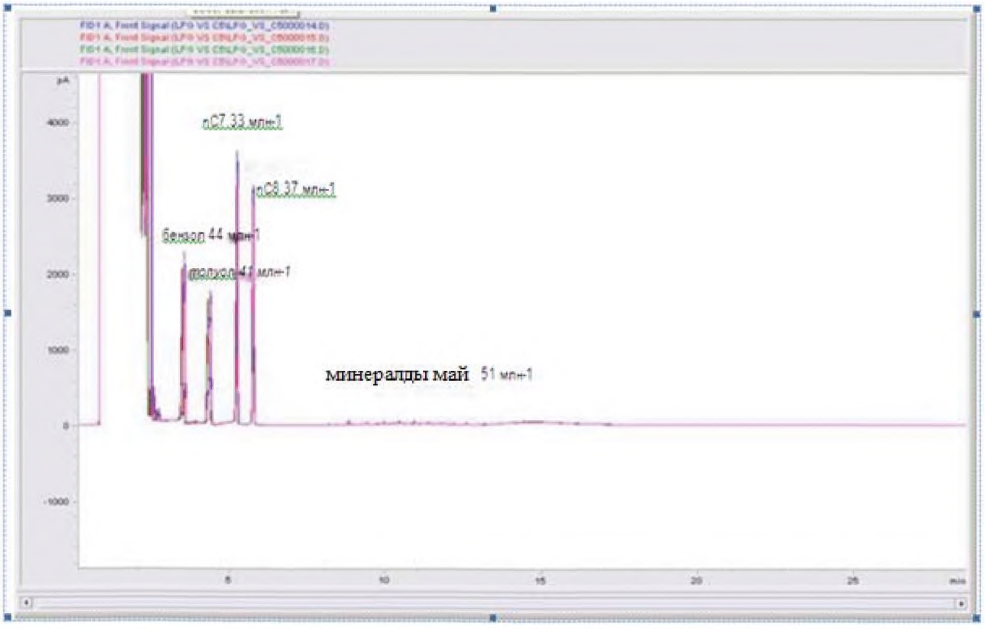
Х3.2 қайнау температурасының диапазонын кеңейтуді ескере отырып, анализді өткізу үшін матрица мен еріткішті үрлеу уақытын қысқарту керек. Пентанды матрицада өткізу сызығы арқылы 6 секундқа тең өту уақыты бензолдың 44млн$^{-1}$жақсы анықталуын қамтамасыз етеді. Көмірсутектер үшін C_{10+}өткізу сызығы арқылы өтудің стандартты уақыты 6 бөлімде сипатталғандай 50-60 сек жеткілікті. Келесі сандық есепке арналған дұрыс біріктіруді қамтамасыз ету үшін хроматограммадағы және матрица ұшындағы қызықтыратын компоненттерді бөлу дәрежесін дұрыс зерттеген жөн. Х3.1 суретті қарау керек.

Х3.3 Калибрлеуді 10 бөлімде көрсетілген әдістемеге сай орындау.

Х3.4 Сомалық қалдық C_{10} - C_{40} диапазонда жайылмаған минералды май аумағында бөлек ұштарын күрделендіру арқылы есептелуі мүмкін.

Х3.5 44 мг/кг бензолдың анықталуы 41 мг/кг толуолға қарағанда 98% құрайды. Өткізілген төрт анализдердің қайталануы барысы төменде көрсетілген:

	Номинал концентрация	Орташа мәні	Стандартты ауытқу	Салыстырмалы стандартты ауытқу	Анықтаушылық
Бензол	44 мг/кг	40,7	1,38	3,4%	98%
Толуол	41 мг/кг	38,8	1,31	2,9%	100%
Н-гептан	33 мг/кг	31,7	0,62	1,9%	102%
Н-октан	37 мг/кг	35,4	0,79	2,2%	101%

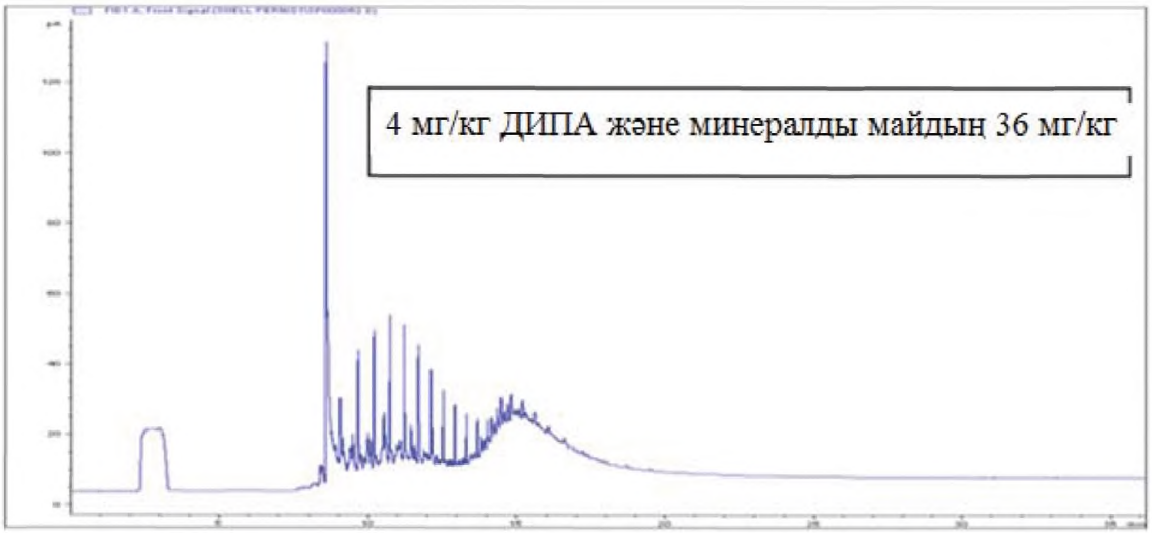


Х3.1 сурет- Өткізу сызығы арқылы уақытты анықтау мақсатында бензол, толуол, гептан және октан қосу арқылы сынама хроматограммасы

Х4 Диизопропаноламин талдамасы (ДИПА; CAS № 110-97-4)

Х4.1 Берілген қосымша СКГ-таДИПА анализін өткізу бойынша басшылық ретінде анализ әдістемесіне енгізілді. (CAS № 110-97-4, Химиялық рефератив қызметпен орнатылған) Х4.1 суретті қарау керек.

Х4.2 Балқытылған кварцта амин адсорбциясын болдырмау үшін берілген анализ үшін аминді егу немесе металл баған қажет. Берілген қолданысқа дұрыс пайдаланылған бағаналар: RTX- аминді баған (30 м · 0,32 мм · 1,0 мкм) МТХ-5 колонкасы (30 м · 0,32 мм · 1,0 мкм). Екі баған да Restek[2)] көрсетілуі мүмкін.



Х4.1 сурет - 4 мг/кг ДИПА үшін және 36 мг/кг минералды майдың 1 хроматограммасы

Х4.3 1 кестеде келтірілген типтік бағандардан басқа стандартты шарттар.

Х4.4 Калибрлеуді 10 бөлімге сипатталған әдістемеге сәйкес орындау.

Х4.5 Сомалық қалдық C_{10} - C_{40}. диапазонда жайылмаған минералды май аумағында алынған бөлек ұштарын біріктіру арқылы есептелуі мүмкін. ДИПА Сомалық концентрациясы ДИПА ұшын біріктіру арқылы анықталады.

Х5. ПИД сызықтығын тексеру

Х5.1 Болжалды сынама қалдығы диапазонында сызықтықты тексеру үшін анализін орнату немесе сынаманы дұрыс жөндегеннен өткізген жөн саналатын болжалды мәндері бар стандарттар қатарын даярлау ұсынылады.

Х5.1. Орнатылған талаптарға сәйкес 1 мг дәлдікке дейін өлшеу жиілік дәрежесімен пентанда еріту қажет болатын осы аумаққа тән минералды май немесе май стандартын даярлау. Штатты сынамалар концентрациясынан екі есе үлкен концентрациядағы қалдықты алу үшін өлшенген сынама саны мен еріткіш көлемін анықтау.

[2)]Осы уақытта комитетке белгілі жалғыз жеткізу көзі RestekCorporation, 110 BennerCircle, Bellefonte, PA 16823, www.Restek.com. болып табылады. Егер осы өнімнің баста да жеткізушісі белгілі болса, ASTM халықаралық штабына хабарлаңыз. Сіздің ескертулерінің орындаушы техникалық комитеті жиналысында толық қаралады.

Х5.1.2 Штатты сынамада болжалды концентрация қалдығының болжалды мәнін алу үшін еріткіште (АОХ стандартына немесе сертификатталған СКГ жоғары жиілік дәрежесі бар пентан) 1:1(об./об.) қатынастқа сәйкес Х5.1.1 бойынша даярланған стандартты еріту.

Х5.1.3 Штатты сынамада болжалды қалдық концентрациясы 1/2 құрайтын бірінші стандартты Х5.11 бойынша (АОХ стандартына немесе сертификатталған СКГ жоғары жиілік дәрежесі бар пентан) 1:3 (айн.айн.) қатынаста еріткіште ерітіп, үшінші стандартты даярлау.

Х5.1 ескертпе— тұтынушы зерттелетін диапазонда сызықтықты тексеру үшін стандарттарды басқа да қалдық концентрацияларымен даярлауы мүмкін.

Х5.1.4 11 тармақта көрсетілгендей жоғарыда көрсетілген кем дегенде үш сипатталған стандарт анализін орындау.

Х5.1.5 Қалдық хроматограммасын біріктіру және аумағын C_{10}-C_{40} диапазонда қосу.

Х5.1.6 Аумақтың номинал концентрацияға тәуелдігіне қарай сызба түзу, мг/кг (млн$^{-1}$). Сызба формасы тұрақты иіліп тұратын тік сызық болуы керек. Көп регрессияның (R^2) корреляция коэффициенті0,99 нең немесе жоғары болуы керек.

Х5.1.7 Сызықтықтан кез-келген ауытқу қолданылатын орнатудың сызықсыз сипаттамаларын көрсетеді.

Х5.1.8 Сипаттамалардың сызықсыз енгізілген көлемнің (ұшының формасын тексеру) жеткіліксіз бақылауы немесе детектор әсерінен болуы мүмкін (ПИД баптауының дұрыстығына өндіруші нұсқаулығын тексеру) .

В.А Қосымшасы
(ақпараттық)

В.А1 кесте–Стандарттардың сілтемелік халықаралық, аймақтық стандарттарға, шетел мемлекетінің стандартына сәйкестігі туралы мәлімет

Халықаралық стандартты, аймақтық стандартты, шетел мемлекетінің стандартын белгілеу мен аталуы	Сәйкестік дәрежесі	Мемлекетаралық стандартты, ұлттық стандартты белгілеу мен аталуы
ASTM D 1265-11, Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method (Сұйытылған газдардың сынамаларын іріктеудің стандартты әдістемесі (СКГ), қол әдісі).	NEQ	ГОСТ 14921-78Сұйытылған көміртекті газдар. Сынамаларды іріктеу әдістері
ASTM D 1835-13, Specification for Liquefied Petroleum (LP) Gases (Сұйытылған көміртекті газдарға стандартты спецификация (СКГ)).	IDT	ҚР СТАСТМД 1835-2011 Сұйытылған мұнайлы газ. Жалпы техникалық шарттар
ASTM D 2158-11, Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases (Сұйытылған көмірсутекті газдарда қалдық қалын анықтау бойынша стандартты әдісі (СКГ)).	—	*
ASTM D 2163-05, Test Method for Analysis of Liquefied Petroleum (LP) Gases and Propene Concentrates by Gas Chromatography (Газдық хроматография көмегімен сұйытылған көмірсутекті газ бен пропана/пропилен қоспаларында көмірсутек құрамын анықтау бойынша стандартты әдіс).	IDT	ҚР СТ АСТМ Д 2163-2011 Сұйытылған мұнайлы газ. Газдық хроматография көмегімен көмірсутекті құрамын анықтау әдісі
ASTM D 2598-12, Practice for Calculation of Certain Physical Properties of Liquefied Petroleum (LP) Gasesfrom Compositional Analysis (Сұйытылған мұнайлы газдың физикалық қасиетін анықтау).	IDT	ҚР СТ АСТМ Д 2598- 2011 Сұйытылған мұнайлы газ. Композициялық талдау әдісімен физикалық қасиетін анықтау
ASTM D 3700-14, Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder (Қалқып жүрген поршені бар цилиндрді пайдалана отырып сұйытылған көмірсутекті газды алудың стандартты әдістемесі).	IDT	ҚР СТ АСТМ Д 3700-2011 Мұнай және газ өндірісі. Қалқып жүрген поршені бар цилиндрді пайдалана отырып сұйытылған көмірсутекті газды алудың стандартты әдістемесі
ASTM D 6299-13, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Аналитикалық өлшеу жүйесі сипаттамасы жұмысын бағалауға арналған сапаны қамтамасыз ететін статистикалық әдістерді және бақылау карта әдістерін қолдану).	IDT	ҚР СТ ASTM D6299–2013 Аналитикалық өлшеу жүйесі сипаттамасы жұмысын бағалауға арналған сапаны қамтамасыз ететін статистикалық әдістерді және бақылау карта әдістерін қолдану әдістемесін қолдану нұсқаулығы
ASTM D 6300-15, Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Мұнай өнімдері мен майлау материалдарын сынау әдістемесінде дәлдік пен кемшіліктерді анықтау әдістемесі).	IDT	ҚР СТ ASTM D 6300-2013 Мұнай өнімдері мен майлау материалдарын сынау әдістемесінде дәлдік пен кемшіліктерді анықтау әдістемесін анықтау бойынша нұсқаулық
E355, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships (Газдық хроматография бойынша терминдер мен анықтамалар бойынша басшылық).	NEQ	ГОСТ 17567-81 Газдық хроматография. Терминдер мен анықтамалар.
* Басылым кезеңінде		

ӘОЖ 661.716 **МСЖ 75.040**

Түйін сөздер: ластау заттары, газдық хроматография, сұйылтылған көміртекті газдар, СКГ, минералды май, майлы қалдық, қалдық

Ескертпелер үшін

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение остатка методом газовой хроматографии с помощью ввода пробы в колонку

(ASTM D 7756-2013 Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, IDT)

СТ РК ASTM D 7756-2015

Данный национальный стандарт, разработанный на основе стандарта ASTM D7756–13, Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, авторское право АСТМ Интернэшнл, PA 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернэшнл

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Акционерным обществом «Информационно-аналитический центр нефти и газа»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан от «30» ноября 2015 года №247-од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ASTM D 7756-2013 Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, (Газы углеводородные сжиженные. Определение остатка методом газовой хроматографии с помощью ввода пробы в колонку)

ASTM D7756–13 разработан американской добровольной организацией, разрабатывающей и издающей стандарты для материалов, продуктов, систем и услуг

Данный национальный стандарт, разработанный на основе стандарта ASTM D7756–13 Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection, авторское право АСТМ Интернэшнл, PA 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернэшнл

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр американского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, и на которые даны ссылки, имеются в Едином государственном фонде нормативных технических документов

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

Сведения о соответствии стандартов (межгосударственных) ссылочным американским стандартам, приведены в дополнительном приложении В.А

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2022 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение остатка методом газовой хроматографии с помощью ввода пробы в колонку

Дата введения 2017-01-01

1 Область применения

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

Примечание - углеводородсодержащие вещества обладают меньшей летучестью, чем сжиженные углеводородные газы (СУГ).

1.2 Настоящий стандарт позволяет определить количество остатка в СУГ в диапазоне от 10 до 600 мг/кг (млн$^{-1}$), температура кипения которого составляет 174 °С - 522 °С (C_{10} - C_{40}). Вещества с более высокой температурой кипения и вещества, налипшие на хроматографическую колонку, не могут быть определены.

1.3 В Приложении «Х3» и Приложении «Х4» приведено описание дополнительных способов применения технических средств и процедур, описанных в настоящем стандарте. В Приложении «Х3» приведено описание методики проведения анализа, позволяющей расширить диапазон анализа до бензола, в приложении «Х4» приведено описание методики анализа диизопропаноламина, содержащегося в СУГ.

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

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

2 Нормативные ссылки

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

ASTM D1265-11, Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method (Стандартная методика отбора проб сжиженных углеводородных газов (СУГ), ручной метод).

ASTM D1835-13, Specification for Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартная спецификация на сжиженные углеводородные газы (СУГ)).

ASTM D2158-11*, Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартный метод определения содержания остатков в сжиженных углеводородных газах (СУГ)).

ASTM D2163-05, Test Method for Analysis of Liquefied Petroleum (LP) Gases and Propene Concentrates by Gas Chromatography (Стандартный метод определения содержания

углеводородов в сжиженных углеводородных газах и смесях пропана/пропилена с помощью газовой хроматографии).

ASTM D2421-13, Practice for Interconversion of Analysis of C_5 and Lighter Hydrocarbons to Gas-Volume, Liquid-Volume, or Mass Basis (Стандартная методика. Взаимопересчет анализа C_5 на газ-объем, жидкость-объем, или на весовую основу).

ASTM D2598-12*, Practice for Calculation of Certain Physical Properties of Liquefied Petroleum (LP) Gases from Compositional Analysis (Методика расчета определенных физических свойств сжиженных углеводородных газов методом анализа состава вещества).

ASTM D3700-14*, Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder (Стандартная методика получения проб сжиженного углеводородного газа с использованием цилиндра с плавающим поршнем).

ASTM D6299-13, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Методика применения статистических методов обеспечения качества и методов контрольных карт для оценки рабочих характеристик системы аналитических измерений).

ASTM D6300-15, Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Методика определения точности и погрешности для использования в методике испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов).

ASTM D6667-14, Test Method for Determination of Total Volatile Sulfur in Gaseous Hydrocarbons and Liquefied Petroleum Gases by Ultraviolet Fluorescence (Стандартный метод определения общего содержания летучей серы в газообразных углеводородах и сжиженных нефтяных (попутных) газах с помощью ультрафиолетовой флуоресценции).

E355-96, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships (Руководство по терминам и определениям газовой хроматографии).

E594-96, Practice for Testing Flame Ionization Detectors Used in Gas or Supercritical Fluid Chromatography (Руководство по испытанию пламенно-ионизационных детекторов, используемых в газовой хроматографии).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения, относящиеся к хроматографии (Definitions of Terms Concerning Chromatography): В настоящем стандарте содержится большое количество ссылок на общепринятые методики проведения газовой хроматографии, термины и определения. Дополнительную терминологию, относящуюся к работе с газовой хроматографией, можно найти в Руководствах Е 355 и Е594.

3.2 Определения, относящиеся к сжиженному углеводородному газу (Definitions of Terms Concerning Liquefied Petroleum Gases): В настоящем стандарте содержатся ссылки на определения сжиженного углеводородного газа в значении, описанном в технических условиях ASTM D1835.

3.3. Определения терминов, относящихся к данному стандарту:

3.3.1 Инжектор сжиженного газа высокого давления, сущ. (high pressure liquefied gas injector, n): Устройство для ввода пробы сжиженного газа в хроматографическую колонку при давлении и комнатной температуре, обеспечивающее сохранение жидкой формы пробы при вводе.

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

4 Краткое описание метода

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

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

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

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

4.5 Определяемый нефтяной остаток удерживается в предколонке.

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

4.7 Нефтяной остаток отделяется, его состав определяется на основе различия температур кипения его компонентов.

4.8 Суммарное количество остатка определяется с помощью суммирования площадей компонентов, соответствующих ожидаемому диапазону C_{10}-C_{40} (174 °C - 522 °C).

5 Значение и применение

5.1 Контроль содержимого остатка согласно ASTM D1835 представляет особую важность для конечных применений СУГ. Маслянистый остаток в СУГ становится причиной загрязнения, которое может возникнуть на этапе производства, транспортировки или хранения.

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

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

5.4 При использовании данного метода можно получить как количественные результаты, так и информацию относительно состава загрязняющих веществ, такую как диапазон температур кипения и фингерпринт, которые могут быть чрезвычайно полезны при отслеживании источника образования конкретного загрязняющего вещества.

6 Приборы

6.1 Газовый хроматограф (ГХ) — любой газохроматографический прибор, оснащенный инжектором холодного ввода в колонку пробы большого объема (LVOCI), термостатом колонок с программным управлением линейной температуры и пламенно-

ионизационным детектором (ПИД). Сходимость времени ударежания терморегулятора должна быть равной 0,05 мин (3 с) на протяжении всего анализа.

6.2 Сбор данных — для отображения сигнала хроматографического детектора и интеграции площади пика можно использовать любое интегрирующее устройство или компьютеризированную систему сбора данных.

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

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

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

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

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

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

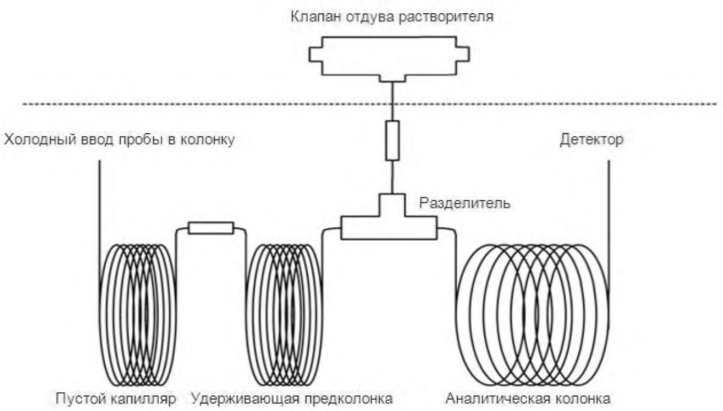
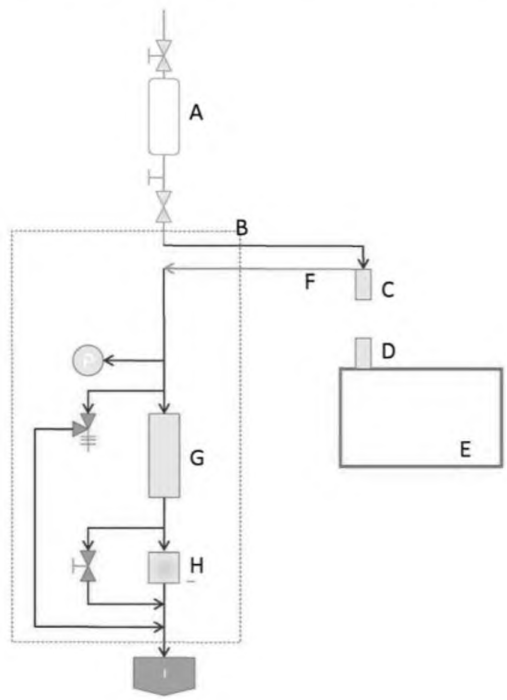


Рисунок 1 - Схема расположения соединений внутри термостата колонки ГХ и соединений клапана отдува растворителя

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

Рисунок 2 - Клапан высокого давления

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



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

Рисунок 3 - Типичная конфигурация установки подачи давления

6.11 Типичная схема колонки — см. рисунок 1.

6.12 Типичные рабочие условия — см. таблицу 1.

Таблица 1 - Стандартные рабочие условия

Программа термостата	35°C в течение 3 мин 35 °C - 340 °C при 25 °C/мин 340 °C в течение 10 мин
Программа ввода пробы	Тип: холодный ввод непосредственно в колонку Температура: 65 °C в течение 3 мин 55 °C - 340 °C при 25 °C/мин 340 °C в течение 9 мин
Настройки детектора	Расход воздуха: 400 мл/мин Расход водорода: 40 мл/мин Расход добавляемого газа: 45 мл/мин Температура: 350 °C Скорость передачи данных: 20 Гц
Колонка	Пустой капилляр: Капилляр их нержавеющей стали Sulfinert[A)] с внутренним диаметром 0,53 мм и длиной 5 м Удерживающая предколонка: 3 м 100% Диметилполисилоксан: 0,53 мм, 2,65 мкм Аналитическая колонка: 100% Диметилполисилоксан 30 м, 0,32 мм, 0,25 мкм Поток пробы 2 мл/мин
Установка подачи давления	Давление азота: 2500 кПа Давление продувки азотом: 500 кПа
Инжектор сжиженного газа	Ввод: 25 мс

[A)] Sulfinert является торговым наименованием SilcoTek, 112 Benner Circle, Bellefonte, PA 16823, www.SilcoTek.com.

7 Реактивы и материалы

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

7.2 Минеральное масло в калибровочной смеси пентана — подготовить смесь калибровочного стандарта минерального масла в пентане. Записать измеренное значение минерального масла с точностью до миллиграмма и рассчитать концентрацию в мг/кг. Концентрация минерального масла должна быть равной прогнозируемой концентрации загрязняющих веществ в пробе СУГ.

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

7.3 Минеральное масло или узкая углеводородная фракция имеет температуру кипения в диапазоне C_{10}-C_{40}. В ином случае точно определенная узкая углеводородная фракция в диапазоне C_{10}-C_{40} может быть использована для выполнения количественного и качественного сравнения с загрязнителем в пробе. Необходимо гарантировать отсутствие значительного выхода из диапазона C_{10}-C_{40}.

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

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

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

7.6 Растворитель — пентан ГХ.

8 Риски

8.1 Существует значительная угроза опасность пожара от СУГ, и в связи с тем, что температура кипения СУГ может достигать минус 41 °С, существует риск обморожений. Во избежание воспламенения или пожара следует принять соответствующие меры предосторожности и носить надлежащие средства индивидуальной защиты во избежание защиты кожи от контакта с СУГ.

8.2 Требуется использование надлежащей системы вентиляции лаборатории.

8.3 Требуется монтаж надлежащей спускной линии. К данной линии должны быть присоединены установка подачи давления и инжектор. Выпуск спускной линии должен располагаться за пределами здания.

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

9 Подготовка приборов

9.1 Газовый хроматограф — установить и проверить исправность функционирования в соответствии с инструкциями производителя. Типичные рабочие условия показаны в таблице 1.

9.2 Установка подачи давления — смонтировать в соответствии с инструкциями производителя. Выполнить продувку пробы и тщательно проверить на наличие утечек.

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

9.4 Конфигурация колонок — смонтировать, как показано на рис. 1. Использовать нижние соединения мертвого объема, выполнить проверку на утечку.

10 Калибровка

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

10.2 Чтобы проверить линейность системы в диапазоне ожидаемых остатков пробы следует выполнить проверку линейности. Более подробную информацию см. в Приложении «X5».

10.3 Провести холостой прогон без ввода пробы. Повторять прогоны до тех пор, пока базовая линия ГХ не стабилизируется. Базовая линия считается стабильной, когда входной и выходной сигналы (в пА) двух последовательно выполненных холостых циклов анализа расходятся не более чем на 5 %. Нестабильность базовой линии может быть вызвана утечкой, газами детектора, либо высококипящими компонентами или веществами, которые не были элюированы из колонки. Высота сигнала (в пА) в конце цикла калибровки, проверки или анализа пробы должна быть равна и выше базовой линии холостого прогона. Высота сигнала, превышающая базовую линию более чем на 5%, может свидетельствовать о плохо подготовленной колонке либо об элюировании

компонентов пробы с температурой кипения выше 522 °С. Инструкции по подготовке колонки см. в листе технических данных на колонку.

10.4 Определить время удерживания стандарта n-алкана (7.6) и установить время удерживания для C_{10} и C_{40}. Между растворителем и первым нормальным пиком алкана (C_{10}) базовая линия должна разделяться.

Если разделение недостаточно, отрегулировать температуру программы, выполнить повторную установку базовой линии, после чего повторно определить время удерживания стандарта. Пример показан на рисунке 4.

10.5 Проанализировать калибровочную смесь. Калибровочная смесь представляет собой либо смесь СУГ, либо пентан. (7.1 и 7.2).

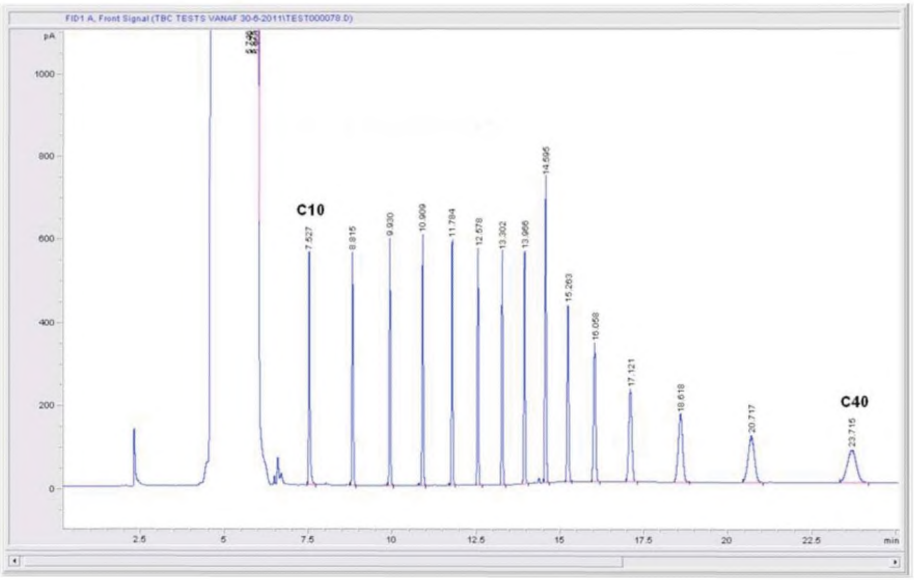


Рисунок 4 - Хроматограмма компонентов с C_{10} по C_{40}

10.6 Определить суммарный маслянистый остаток, сложив площади с C_{10} по C_{40}.

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

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

11 Процедура

11.1 Провести отбор представительной пробы в соответствии с ASTM D1265 или ASTM D3700.

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

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

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

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

11.6 После ввода пробы закрыть пробоотборник и повторить шаг 11.3 для ввода следующей пробы. По окончанию всех циклов анализа, закрыть пробоотборник и стравить давление в системе. Снять пробоотборник.

11.7 Определить суммарный маслянистый остаток, сложив площади с C_{10} по C_{40}.

11.8 Чтобы ввести пробу сравнения, заполнить пробоотборник стандартом и выполнить шаги, описанные в процедуре ввода проб СУГ.

12 Расчет и обработка результатов

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

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

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

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

$$Rf = Scg/Ac \quad (1)$$

где Rf = коэффициент чувствительности,

Scg = содержание минерального масла в калибровочном стандарте СУГ либо в стандарте пентана, мг/кг в массе

Ac = суммарная площадь пиков в диапазоне C10-C40 в калибровочном стандарте СУГ или пентана.

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

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

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

Area = суммарная площадь пиков в диапазоне C_{10} -C_{40} в пробе

Rf = коэффициент чувствительности = содержание минерального масла в калибровочном стандарте, мг/кг, поделенное на площадь.

12.6 Расчет концентрации остатка пробы с учетом поправки на разницу в плотности рассчитываемую по формуле (3); используется, когда калибровочная смесь и проба имеют различную плотность.

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

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

Area = суммарная площадь пиков в диапазоне C_{10} -C_{40} в пробе

Rf = коэффициент чувствительности = содержание минерального масла в калибровочном стандарте, мг/кг, поделенное на площадь.

D = плотность раствора пробы при температуре измерения, г/мл

Dc = плотность калибровочного стандарта при температуре измерения, г/мл.

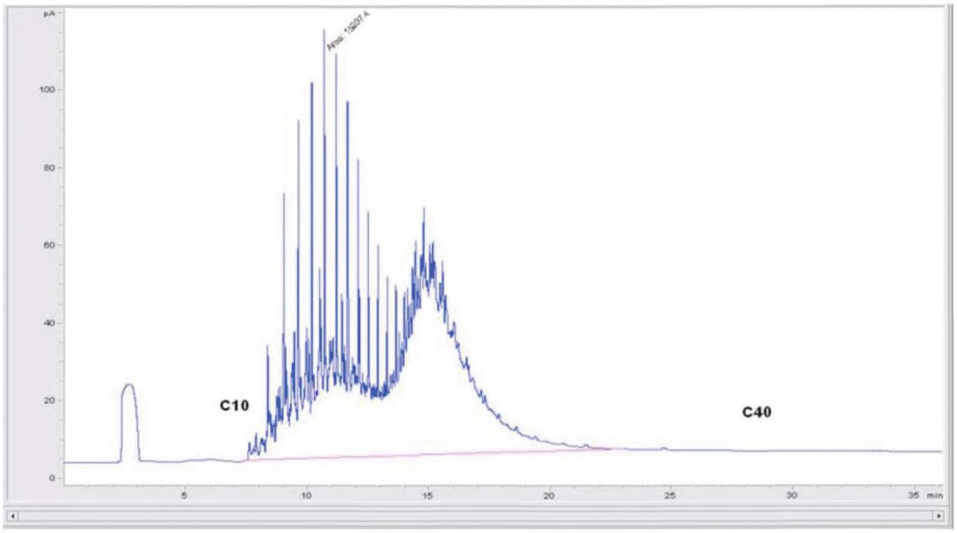


Рисунок 5 - Хроматограмма минерального масла в объеме 50 мг/кг

13 Отчетность

13.1 Передавать в отчете результаты маслянистого остатка в СУГ с точностью до мг/кг со ссылкой на данный метод определения остатка.

14 Контроль качества

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

14.2 Когда испытательная лаборатория уже имеет оформленные протоколы контроля/обеспечения качества, то они могут использоваться для подтверждения надежности результатов испытания.

14.3 При отсутствии протокола контроля/обеспечения качества можно использовать приложение «X2» в качестве системы контроля/обеспечения качества.

15 Прецизионность и систематическая погрешность

15.1 Прецизионность — прецизионность данного метода анализа была определена в соответствии с методикой ASTM D6300 и разделом A21.2.3 Руководства по

оформлению ASTM. Прецизионность определена на основе межлабораторных исследований за 2012 год, которые включали анализ пяти проб с помощью 7 независимых лабораторных установок и операторов. Диапазон результатов применим к уравнениям r и R, перечисленных ниже, с 6.1 по 640.8 мг/кг. В таблице 2 приведен пример значений r и R для различных концентраций остатка.

15.1.1 Повторяемость — условия, при которых результаты испытаний получаются одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования под постоянных рабочих условиях для идентичных испытательных материалов, в пределах короткого промежутка времени при длительном прогоне при нормальном и правильном режиме метода испытания превышают указанные значения только в одном случае из 20.

Повторяемость (r) = 0.1453 · (X)0.8292 мг/кг

Стандартное отклонение повторяемости = предел повторяемости/2.77

15.1.2 Воспроизводимость — условия, при которых различия между двумя единичными независимыми результатами испытаний одного и того же материала, полученных одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования в течение длительного промежутка времени при правильном соблюдении методики испытания превышают указанные значения только в одном из 20 случаев.

Воспроизводимость (R) = 0.7929 · (X)0.8292 мг/кг

Стандартное отклонение воспроизводимости = Предел повторяемости/2.77

15.2 Систематическая погрешность — информация о систематической погрешности для данной процедуры отсутствует, так как данные результаты испытаний определены только в рамках данного метода анализа.

Таблица 2 - Примерные r и R значения для различных концентраций масляного остатка

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

Приложения X1
(информационное)

X1 Расчет плотности СУГ и корректировка значения остатка

X1.1 Обоснование и обзор методик

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

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

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

X1.1.4 Состав СУГ можно легко определить ГХ методами, которые, как правило, соответствуют требованиям методики анализа D2163. Данный метод анализа подразумевает предоставление результатов в процентном соотношении к объему жидкой фазы основных компонентов пробы. В том случае, когда имеющиеся лабораторные аналитические результаты выражены на весовой основе, %, или на основе газ-объем (моль), %, для указания в отчете эквивалентного значения на основе жидкость-объем могут быть применены правила взаимопересчета, приведенные в методике D2421

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

X1.2 Взаимопересчет % об. жидкости в % масс. согласно методике ASTM D2421

X1.2.1

$$\textit{Объем жидкости } \%_x = 100 \cdot \frac{(\text{масс. } \%_x \text{ /относительная плотность}_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp}(\text{масс } \%_n \text{ /относительная плотность}_n)} \quad \text{(X1.1)}$$

где Объем жидкости $\%_x$ - объемный процент жидкости всех выявленных компонентов в пробе, где x равно 1.

#comp - число выявленных компонентов в пробе, где x равно 1.

Относительная плотность$_x$ - значение (взятое из Методики ASTM D2421, таблица 2, колонка 3), приведенное для каждого выявленного компонента x в виде жидкости

масс. $\%_x$ - массовая доля каждого выявленного компонента, взятого из ГХ анализа.

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

X1.3 Взаимопересчет % об. жидкости на % мол. (% об. газа) согласно методике ASTM D2421

X1.3.1

$$\textit{Объем жидкости } \%_x = 100 \cdot \frac{(\text{Молекулярная масс. } \%_x \text{ /объемная доля}_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp}(\textit{Молекулярная масс } \%_n \text{ /объемная доля}_n)} \quad \text{(X1.2)}$$

где Объем жидкости $\%_x$ - объемный процент жидкости всех выявленных компонентов в пробе, где *x* равно 1.

#comp - число выявленных компонентов в пробе, где x равно 1.

Объемная доля$_x$ - значение (взятое из Методики ASTM D2421, таблица 2, колонка 2), указанное для каждого выявленного компонента *x*.

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

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

X1.3.1.1 Свойства компонента взяты из таблиц, приведенных в Методике ASTM D2421. Свойства компонентов для метана, этана, пропана, изобутана, нормального бутана и пентана приведены в таблице X1.1.

X1.4 Расчет относительной плотности согласно Методике ASTM D2598

X1.4.1

$$\textit{Относительная плотность}_{\textit{смеси}} = \sum_{n=1}^{\#comp} \frac{(\text{Объем жидкости } \%_x \times \text{относительная плотность}_n)}{100} \quad \text{(X1.3)}$$

где #comp - число выявленных компонентов в пробе, где *x* равно 1.

Относительная плотность$_{смеси}$ - относительная плотность смеси СУГ.

Относительная плотность$_x$ - относительная плотность каждого компонента жидкости, где *x* равен 1.

Объем жидкости $\%_x$ - объемный процент жидкости всех выявленных компонентов пробы, где *x* равен 1.

X1.5 Пример расчета

X1.5.1.В таблице X1.1 приведен примерный расчет на основе гипотетического анализа состава СУГ. Согласно результатам примерного анализа на хроматограмме выявлен масляный остаток площадью, равной 35 мг/кг в пентане (относительная плотность 0,631).

X1.5.2. Шаг 1 - Перерасчет в объемные проценты жидкости %:

$$\textit{Объем жидкости } \%_x = 100 \times \frac{(\text{масс. } \%_x \text{ /относительная плотность}_x)}{\sum_{n=1}^{\#comp}(\text{масс } \%_n \text{ /относительная плотность}_n)} \quad \text{(X1.4)}$$

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

Таблица X1.1 - Свойства компонента

Компонент	% массовой доли
Метан	0,00
Этан	0,05
Пропан	78,45
Изобутан	5,50
Н-бутан	16,00

[A]Источник: Методика ASTM D2421, таблица 2, колонка 3.

X1.5.3 Шаг 2 — Расчет относительной плотности смеси:

$$\textit{Относительная плотность}_{смеси}=\sum_{n=1}^{\#comp}\frac{(\text{Объем жидкости }\%_x\times\text{относительная плотность}_n)}{100}$$

$$\textit{Относительная плотность}_{смеси}=$$
$$=\left(\frac{0{,}007\times0{,}35639}{100}\right)+\left(\frac{80{,}57\times0{,}50736}{100}\right)+\left(\frac{5{,}09\times0{,}56293}{100}\right)+\left(\frac{14{,}27\times0{,}58407}{100}\right)=0{,}521 \qquad (X1.5)$$

X2 Мониторинг контроля качества

X2.1 Подтвердить характеристику прибора или методики испытания, анализируя пробу контроля качества.

X2.2 Перед мониторингом процесса измерений, пользователь данной методики должен определить среднее значение и пределы контроля пробы контроля качества. См. методику ASTM D6299 и MNL7[1)]

X2.3 Записать результаты контроля качества и проанализировать по контрольным картам или с помощью других статистически эквивалентных методик для установления статуса статистического контроля всего процесса испытания. См. методику ASTM D6299 и MNL7[1)]. Исследовать данные вне контроля для получения основной причины. Результаты данного исследования могут, но не обязательно, привести к повторной калибровке прибора.

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

X2.4 Периодичность контроля качества зависит от критичности измеряемого качества, демонстрируемой стабильности процесса испытания, а также требований заказчика. Обычно проба контроля качества анализируется каждый день при испытании с использованием штатных проб. Частота контроля качества должна увеличиваться, если периодически контролируется большое количество проб. Однако если подтверждается, что результаты испытаний находятся в пределах статистического контроля, то частота проведения испытания для проверки качества может быть снижена. Прецизионность пробы контроля качества должна периодически проверяться на точность метода ASTM, чтобы обеспечить качество данных. См. методику ASTM D6299 и MNL7[1)]

X2.5 Рекомендуется, чтобы, если это возможно, тип регулярно испытываемой пробы контроля качества был репрезентативным регулярно испытываемого материала. Достаточные запасы пробы контроля качества должны быть в наличии в течение указанного периода применения, они должны быть однородными и стабильными в предполагаемых условиях хранения.

X2.6 См. Методики ASTM D6299 и MNL7[1)] с дальнейшими указаниями по методам контроля качества и составления карт контроля.

[1)]MNL 7, Руководство по представлению данных и анализу контрольной карты, ASTM International.

Х3. Анализ бензола, толуола и углеводородов с числом атомов углерода C_7 - C_{10}

Х3.1 Данный раздел был добавлен к методике анализа в качестве руководства по определению остатка в виде тяжелых фракций, температура кипения которых не превышает температуру кипения углеводородов с числом атомов углерода C_{10} (номинальная температура кипения 174°С), которые перечислены в разделе 1. Испытания на определение бензола (номинальная температура кипения 80°С) прошли успешно.

Х3.2 Для проведения анализа с учетом расширенного диапазона температур кипения требуется сократить время продувки матрицы или растворителя. В пентановой матрице время прохождения через линию отвода, равное 6 секундам, обеспечивает хорошую определяемость 44 млн$^{-1}$ бензола. Стандартного времени прохождения через линию отвода для углеводородов C_{10+} в течение 50-60 сек достаточно при условиях, описанных в разделе 6. Чтобы гарантировать корректную интеграцию для последующего количественного подсчета следует внимательно изучить степень разделения интересующих компонентов на хроматограмме и пики матрицы. См. рис. Х3.1

Х3.3 Калибровку выполнять в соответствии с методикой, описанной в разделе 10.

Х3.4 Суммарный остаток может быть рассчитан путем сложения отдельных пиков, полученных на площади неразложившегося минерального масла в диапазоне C_{10} - C_{40}.

Х3.5 Определяемость 44 мг/кг бензола по сравнению с 41 мг/кг толуола составляет 98 %. Повторяемость в ходе четырех проведенных анализов показана в таблице ниже:

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

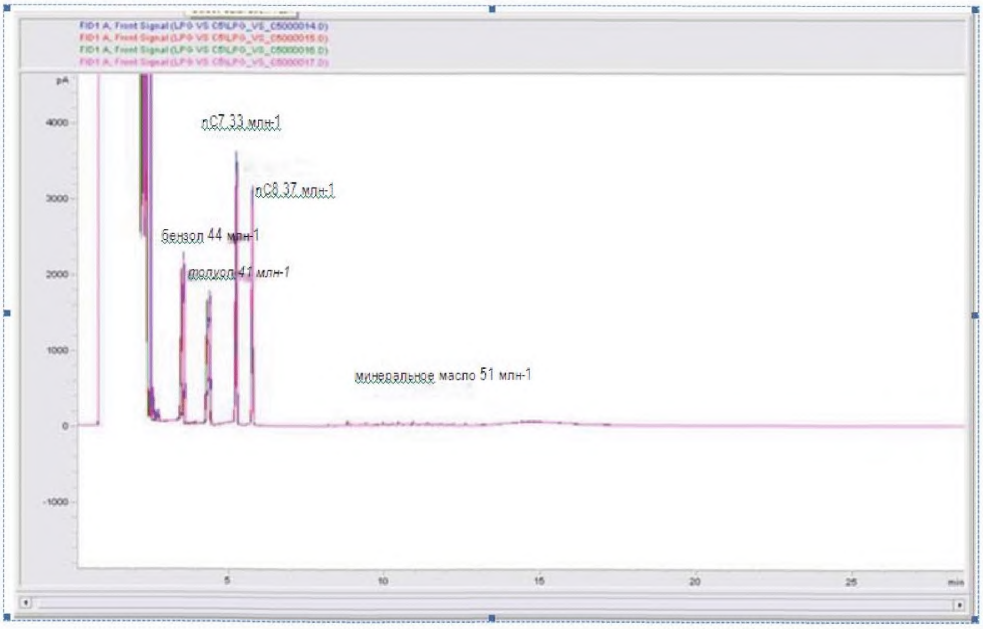


Рисунок Х3.1 - Хроматограмма пробы с добавками бензола, толуола, гептана и октана с целью определения времени пропускания через линию отвода

Х4 Анализ диизопропаноламина (ДИПА; CAS № 110-97-4)

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

Х4.2 Для данного анализа во избежание адсорбции амина на плавленном кварце требуется колонка с аминной прививкой или металлическая колонка. Колонки, успешно использовавшиеся для данного применения: RTX- аминная колонка (30 м · 0,32 мм · 1,0 мкм) или колонка MTX-5 (30 м · 0,32 мм · 1,0 мкм). Обе колонки могут быть предоставлены Restek[2)].

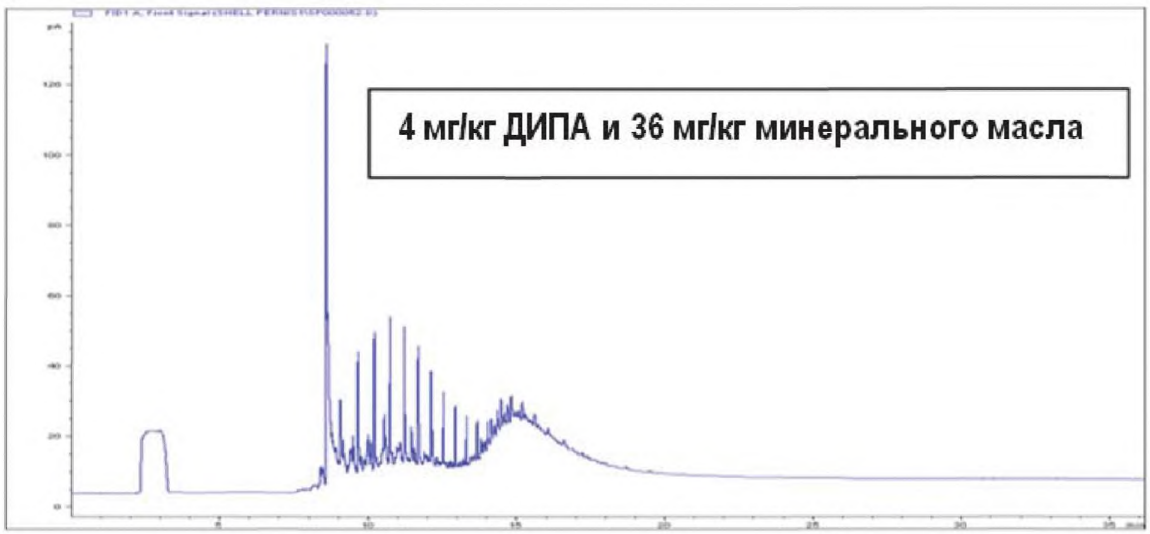


Рисунок Х4.1 - Хроматограмма 1 для 4 мг/кг ДИПА и 36 мг/кг минерального масла

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

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

Х4.5 Суммарный остаток может быть рассчитан путем сложения отдельных пиков, полученных на площади неразложившегося минерального масла в диапазоне C_{10} - C_{40}. Суммарная концентрация ДИПА определяется путем интегрирования пика ДИПА.

Х5. Проверка линейности ПИД

Х5.1 Чтобы выполнить проверку линейности в диапазоне ожидаемого остатка пробы, рекомендуется подготовить ряд стандартов, содержащих ожидаемое значение, анализ которых следует провести после установки или капитального ремонта прибора.

Х5.1.1 Подготовить стандарт минерального масла или масла, характерного для данной площадки, который необходимо взвесить с точностью до мг и растворить в пентане со степенью чистоты, соответствующем установленным требованиям. Определить количество взвешенной пробы и объем растворителя, чтобы получить остаток в концентрации, в два раза превышающей ожидаемую концентрацию штатных проб.

[2)] На данный момент, единственным источником поставки прибора, известным комитету, является Restek Corporation, 110 Benner Circle, Bellefonte, PA 16823, www.Restek.com. Если вам известны другие поставщики данного продукта, сообщите, пожалуйста, о них в международный штаб ASTM. Ваши замечания будут внимательно рассмотрены на собрании исполнительного технического комитета,1 Ваши замечания будут внимательно рассмотрены на собрании исполнительного технического комитета

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

X5.1.3 Приготовить третий стандарт, в котором концентрация осадка составит примерно 1/2 ожидаемой концентрации осадка в штатной пробе, растворив первый стандарт по п. X5.1.1 в соотношении 1:3 (об./об.) в растворителе (пентан со степенью чистоты, соответствующей стандарту АОХ или выше либо сертифицированный СУГ).

Примечание X5.1 — пользователь может подготовить стандарты с другими концентрациями остатка, чтобы проверить линейность в исследуемом диапазоне.

X5.1.4 Выполнить анализ не менее трех описанных выше стандартов, как описано в разделе 11.

X5.1.5 Проинтегрировать хроматограмму остатка и суммировать площадь в диапазоне C_{10}-C_{40}.

X5.1.6 Составить график зависимости площади от номинальной концентрации, мг/кг (млн$^{-1}$). График должен иметь форму прямой линии с постоянным наклоном. Коэффициент корреляции множественной регрессии (R^2) должен быть 0,99 или выше.

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

X5.1.8 Нелинейность характеристик может быть вызвана недостаточным контролем вводимого объема (проверить форму пика) или детектора (проверить по руководству производителя правильность ПИД настройки). Внести корректировку и повторить проверку линейности.

Приложение В.А
(информационное)

Таблица В.А1 - Сведения о соответствии стандартов ссылочным международным, региональным стандартам, стандартам иностранных государств

Обозначение и наименование международного, регионального стандартов, стандарта иностранного государства	Степень соответствия	Обозначение и наименование национального стандарта, межгосударственного стандарта
ASTM D1265-11, Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method (Стандартная методика отбора проб сжиженных газов (СУГ), ручной метод).	NEQ	ГОСТ 14921-78 Газы углеводородные сжиженные. Методы отбора проб
ASTM D1835-13, Specification for Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартная спецификация на сжиженные углеводородные газы (СУГ)).	IDT	СТ РК АСТМ Д 1835-2011 Газы нефтяные сжиженные. Общие технические условия
ASTM D2158-11, Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases (Стандартный метод определения содержания остатков в сжиженных углеводородных газах (СУГ)).	—	*
ASTM D2163-05, Test Method for Analysis of Liquefied Petroleum (LP) Gases and Propene Concentrates by Gas Chromatography (Стандартный метод определения содержания углеводородов в сжиженных углеводородных газах и смесях пропана/пропилена с помощью газовой хроматографии).	IDT	СТ РК АСТМ Д 2163-2011 Газы нефтяные сжиженные. Метод определения углеводородного состава при помощи газовой хроматографии
ASTM D2598-12, Practice for Calculation of Certain Physical Properties of Liquefied Petroleum (LP) Gases from Compositional Analysis (Методика расчета определенных физических свойств сжиженных углеводородных газов методом анализа состава вещества).	IDT	СТ РК АСТМ Д 2598- 2011 Газы нефтяные сжиженные. Определение физических свойств методом композиционного анализа
ASTM D3700-14, Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder (Стандартная методика получения проб сжиженного углеводородного газа с использованием цилиндра с плавающим поршнем).	IDT	СТ РК АСТМ Д 3700-2011 Промышленность нефтяная и газовая. Стандартный метод испытаний для получения образцов сжиженных нефтяных газов при использовании плавающего поршневого цилиндра
ASTM D6299-13, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Методика применения статистических методов обеспечения качества и методов контрольных карт для оценки рабочих характеристик системы аналитических измерений).	IDT	СТ РК ASTM D6299–2013 Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы
ASTM D6300-15, Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Методика определения точности и погрешности для использования в методике испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов).	IDT	СТ РК ASTM D 6300-2013 Руководство для определения данных точности и погрешности для использования в методах тестирования для нефтяных продуктов и смазывающих веществ
E355, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships (Руководство по терминам и определениям газовой хроматографии).	NEQ	ГОСТ 17567-81 Хроматография газовая. Термины и определения
* На стадии публикации		

УДК 661.716 **МКС 75.040**

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

Для заметок

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

GOSTM D 7756-2015