ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56342— 2015

УГЛЕВОДОРОДЫ ЛЕГКИЕ, ТОПЛИВА ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ С ИСКРОВЫМ ЗАЖИГАНИЕМ И ДИЗЕЛЬНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ, МАСЛА МОТОРНЫЕ

Определение общего содержания серыметодом ультрафиолетовой флуоресценции

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

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 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 февраля 2015 г. № 69-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 5453−12 «Стандартный метод определения общей серы в легких углеводородах, топливах для двигателей с искровым зажиганием, топливах для дизельных двигателей и моторных маслах ультрафиолетовой флуоресценцией» (ASTM D 5453−12 «Standard test method for determination of total sulfur in light hydrocarbons, spark ignition engine-fuel, diesel engine fuel, and engine oil by ultraviolet fluorescence»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5–2012 (пункт 3.5).

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

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 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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

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

Поправка к ГОСТ Р 56342—2015 Углеводороды легкие, топлива для двигателей с искровым зажиганием и дизельных двигателей, масла моторные. Определение общего содержания серы методом ультрафиолетовой флуоресценции

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Титульный лист	**УГЛЕВОДОРОДЫ ЛЕГКИЕ, ТОПЛИВА ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ С ИСКРОВЫМ ЗАЖИГАНИЕМ И ДИЗЕЛЬНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ, МАСЛА МОТОРНЫЕ** **Определение общего содержания серыметодом ультрафиолетовой флуоресценции**	**УГЛЕВОДОРОДЫ ЛЕГКИЕ, ТОПЛИВА ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ С ИСКРОВЫМ ЗАЖИГАНИЕМ И ДИЗЕЛЬНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ, МАСЛА МОТОРНЫЕ** **Определение общего содержания серы методом ультрафиолетовой флуоресценции**
Первая страница стандарта	**УГЛЕВОДОРОДЫ ЛЕГКИЕ, ТОПЛИВА ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ С ИСКРОВЫМ ЗАЖИГАНИЕМ И ДИЗЕЛЬНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ, МАСЛА МОТОРНЫЕ** **Определение общего содержания серы Методом ультрафиолетовой флуоресценции**	**УГЛЕВОДОРОДЫ ЛЕГКИЕ, ТОПЛИВА ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ С ИСКРОВЫМ ЗАЖИГАНИЕМ И ДИЗЕЛЬНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ, МАСЛА МОТОРНЫЕ** **Определение общего содержания серы методом ультрафиолетовой флуоресценции**

(ИУС № 8 2015 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УГЛЕВОДОРОДЫ ЛЕГКИЕ, ТОПЛИВА ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ С ИСКРОВЫМ ЗАЖИГАНИЕМ И ДИЗЕЛЬНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ, МАСЛА МОТОРНЫЕ

Определение общего содержания серы Методом ультрафиолетовой флуоресценции

Lighthydrocarbons, sparkignitionenginefuels, dieselenginefuels, andengineoils. Determination of total sulfur by ultraviolet fluorescence method

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандартустанавливает метод определения общего содержания серы в жидких углеводородах с температурой кипения приблизительно от 25 °Сдо 400 °С и вязкостью приблизительно от 0,2 до 20 сСт (мм^2/с) при температуре окружающей среды.

1.2 Прецизионность результатов трех межлабораторных исследований (ILS) и другие исследования, приведенные в исследовательском отчете АСТМ, показали, что настоящий методможно использоватьдля испытания прямогонных бензинов, дистиллятов, моторных масел, этанола,метиловых эфировжирных кислот (FAME) и моторных топлив, содержащих кислород[смесей этанольного топлива Е-85 и М-85, реформулированного бензина(RFG)], дизельногои биодизельного топлив, смесей дизельного/биодизильного топлив иреактивного топливас содержаниемсеры от 1,0до 8000,0 мг/кг (см. примечание 1).

Примечание 1 – При определении прецизионности метода оценивали предел количественного определения (PLOQ).В зависимости от исследуемого продукта PLOQ находится в диапазоне, не превышающем 1,0–5,0 мг/кг (см. раздел 8 и 15.1).

1.3 Настоящий методможно использовать для определения общегосодержания серы в жидких углеводородах, содержащих не более 0,35 % масс. галогена (галогенов).

1.4 Значения в единицах системы СИ считаются стандартными.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Подробное описание опасного воздействия приведено в3.1, 6.3, 6.4, 8.1 и разделе 7.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

АСТМ Д 1298 Метод определения плотности, относительной плотностиили плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром (ASTM D 1298, Test method for density, relative density, or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method)

АСТМ Д 4052 Метод определения плотности, относительной плотностиили плотности в градусах API жидкостейцифровым плотномером (ASTM D 4052, Test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter)

АСТМ Д 4057 Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products)

[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.

Издание официальное

АСТМ Д 4177 Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products)

АСТМ Д 6299 Практика применения статистических методов для обеспечения контроля качества и построения контрольных карт для оценки рабочих характеристик аналитической системы измерения (ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance)

3 Сущность метода

Для окисления серы кислородом до диоксида серы (SO_2) в трубку для сжигания с высокой температурой вводят образец углеводорода микрошприцем или в лодочке. Образующуюся воду удаляют, а газообразные продуктыподвергают воздействию ультрафиолетового излучения (UV).Диоксидсеры SO_2 поглощает энергию ультрафиолетового излучения и переходит ввозбужденное состояниеSO_2*. Флуоресценцию, излучаемуювозбужденным SO_2* при переходе в стабильное состояние SO_2,регистрируют фотоэлектронным умножителем.По регистрируемому сигналу определяют содержание серы в образце. (**Предупреждение**– Воздействие прямогои рассеянного ультрафиолетового излучения (UV)на любую часть тела, особенно наглаза,опасно для здоровья).

4 Назначение и применение

Даже незначительные количества серосодержащих соединенийв исходном сырье могут отравлять некоторые катализаторы, используемые в нефтехимической отрасли. Настоящий метод испытаний можно использовать для определения серы при производствеготовой продукции, а также дляуправления процессом.

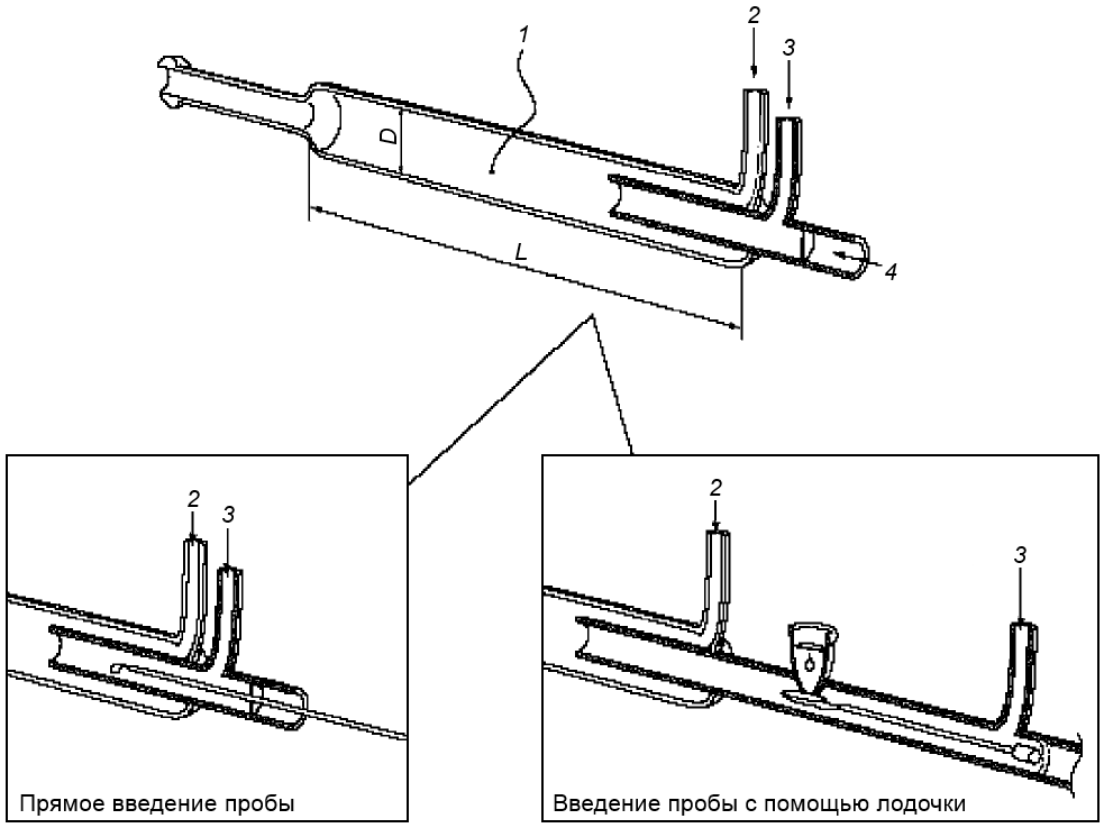
5 Аппаратура

5.1 Печь

Электрическая печь, обеспечивающая поддержание температуры (1075±25) °С, достаточной для пиролиза образца и окисления серы до SO_2.

5.2 Трубка для сжигания

Конструкция и размеры кварцевой трубки для сжигания должны обеспечивать как прямое введение образца в зону окисления, нагреваемую в электрической печи, так и введение образца в кварцевой лодочке.Трубкадля сжигания должна иметь боковые отводы для подачи кислорода и газаносителя(см. рисунок 1).Размеры зоны окисления должныобеспечивать полное сгорание образца. Можно использовать трубки другой конфигурации, если они обеспечивают прецизионность метода.



1 – кварцевая трубка для сжигания; *2* – подача кислорода;
3− подача газа-носителя и смеси для окисления; *4* – подача образца

Рисунок 1 − Трубки для сжигания

5.3 Управление потоком

Аппарат должен быть оснащен регулятором потока,обеспечивающим постоянную скорость подачи кислорода и газа-носителя.

5.4 Осушающая трубка

Аппарат должен быть оснащен механизмом для удаления водяного пара. Пары воды, образующиеся при реакции окисления, должны быть удалены перед измерением с помощью детектора. Можноиспользовать мембранную осушительную трубкуили устройство, использующеекапиллярный-эффект для избирательного удаления воды.

5.5 Ультрафиолетовый детектор

Детектор, обеспечивающий качественное и количественное измерение излучения, испускаемого диоксидомсеры в ультрафиолетовом диапазоне.

5.6 Микрошприц

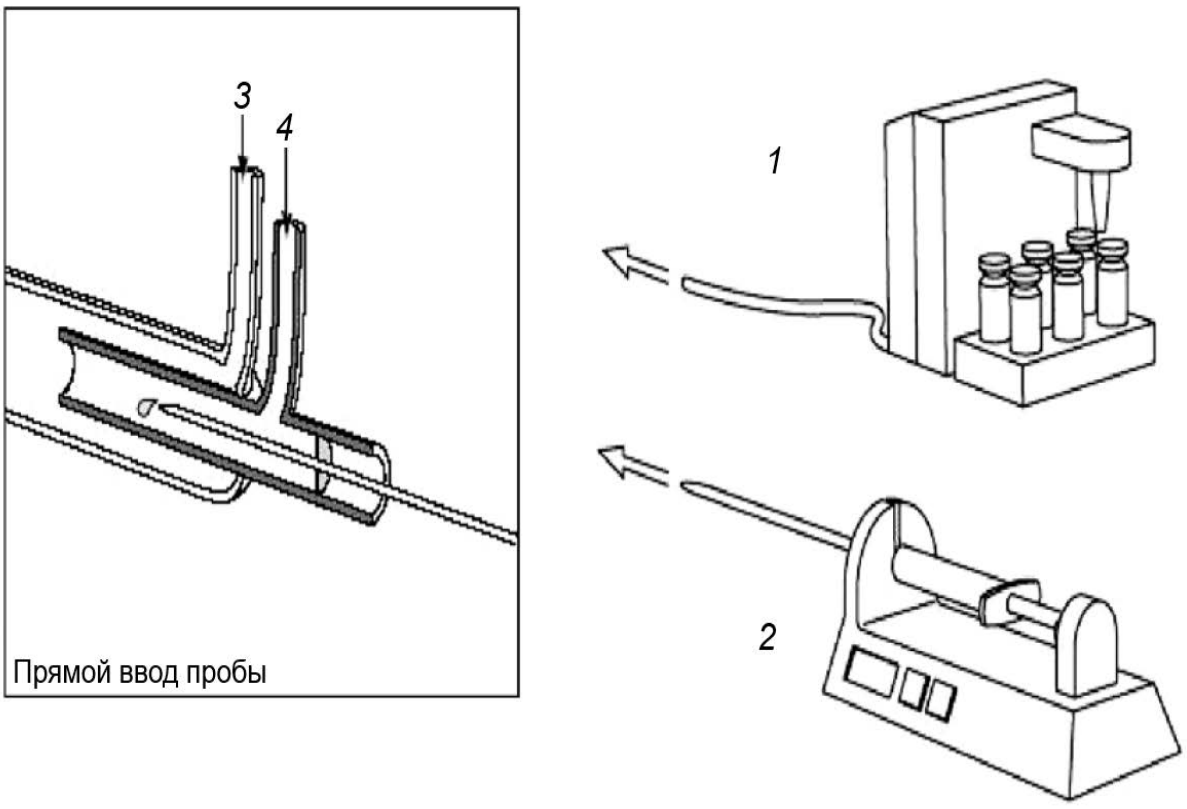
Микрошприц, обеспечивающий точноевведение 5–20мкл пробы. Игла должна иметь длину (50±5) мм.

5.7 Система ввода образца

Можно использовать любую из приведенных ниже систем ввода пробы.

5.7.1 Прямой вводпробы

Система прямого ввода пробы должна обеспечивать подачуиспытуемого материала во входной несущий поток, направляющий его в зону окисления с контролируемой и воспроизводимой скоростью. Следует использовать механизм привода шприца, обеспечивающий подачу образца из шприца со скоростью приблизительно 1 мкл/с (см.рисунок 2).

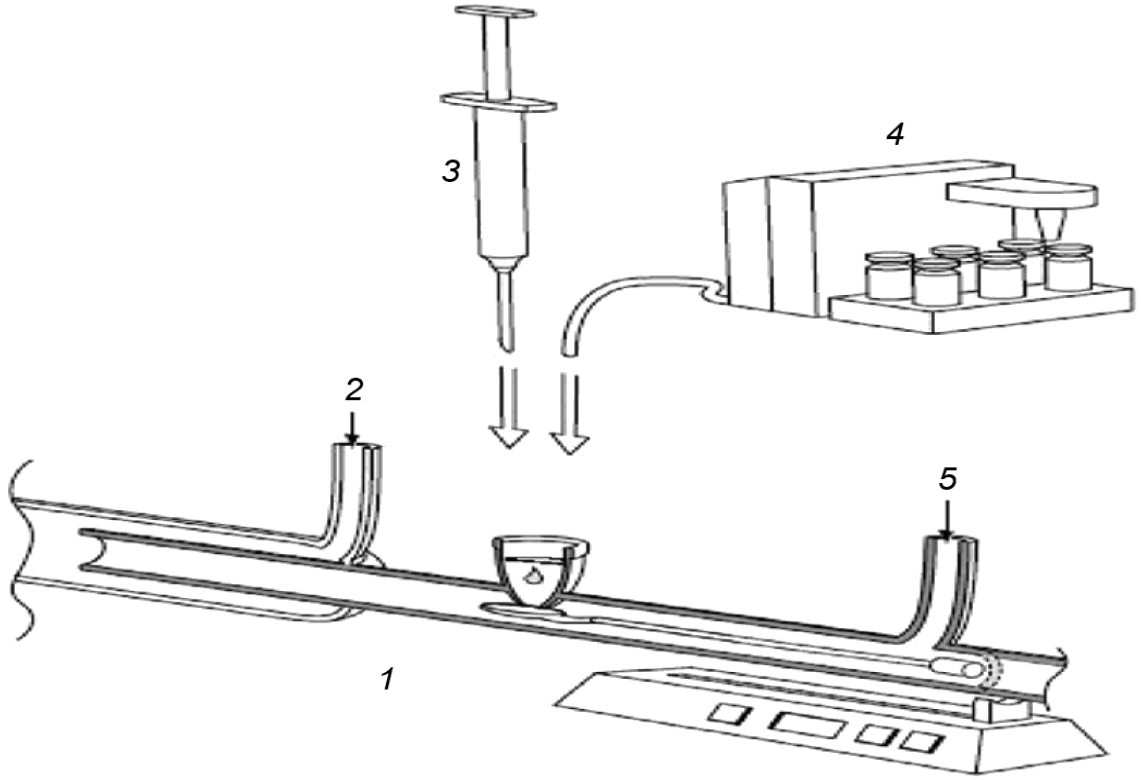


1 – устройство для автоматического ввода пробы (автосамплер); *2* − устройство для введения пробы с помощью шприца; *3*−подача кислорода; *4* − подача газа-носителя и смеси для окисления

Рисунок 2 – Прямое введение пробы шприцем

5.7.2 Система ввода образца в лодочке

Удлиненная трубка для сжигания должна обеспечивать герметизацию входа в область окисления и поток газа-носителя. Система ввода должна обеспечивать механическую подачу и удаление образца (лодочки) из печи. Используемый механизм должен обеспечивать размещение лодочки в самой горячей зоне печи. Лодочка для образца и трубка для сжигания должны быть изготовлены из кварцевого стекла. Трубку для сжигания оснащают охлаждающей рубашкой в области, в которую удаляют лодочку для введения пробы из микрошприца. Следует использовать механизм, обеспечивающий подачу лодочки с образцом в печь и ее удаление из печи с контролируемой и воспроизводимой скоростью (см. рисунок 3).



1 – механизм подачи лодочки; *2* – подача кислорода; *3* – ручной ввод образца;
4 − устройство для автоматического ввода пробы (автосамплер);
5 –подача газа-носителя и смеси для окисления

Рисунок 3 – Система ввода образца в лодочке

5.8 Охлаждающий термостат

При вводе образца с помощью лодочки может потребоваться аппаратура, обеспечивающая подачу охлаждающего материала с постоянной температурой,не выше 4°С.

5.9 Ленточный самописец(при необходимости).

5.10 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью ±0,01 мг (при необходимости).

6 Реактивы

6.1Чистота реактивов

Используют реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификации Комитета аналитических реактивов Американского химического общества[2)]. Можно использовать реактивы другой квалификации при условии, что чистота реактивов обеспечивает прецизионность метода испытания.

6.2 Инертный газ

Используют аргон или гелий чистотой не менее 99,998 % (хроматографической или нулевой)ссодержанием водяных паров не более 5 ppm.

6.3 Кислород

Используют кислород чистотой не менее 99,75 % (хроматографической или нулевой) с содержанием водяных паров не более 5 ppm, осушенный с помощью молекулярных сит. (**Предупреждение** – Кислород ускоряет горение).

[2)]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. Annular 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. Pharmacopeia Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD. (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

6.4 Толуол, ксилолы и изооктан квалификации ч. д. а. (Можно использовать другие растворители, присутствующиев анализируемых образцах). Проводят коррекциюнасодержание серы в растворителе (холостой опыт), используемомпри стандартной подготовкеи разбавлении образца. При использовании растворителя, не содержащего серу, нет необходимости проводить холостой опыт для коррекции неизвестного содержания серы в образце. (**Предупреждение**–Растворители– легковоспламеняющиеся жидкости.)

6.5 Дибензотиофен с содержанием серы 17,399% масс. и относительной молекулярной массой 184,26 (см. примечание 2).

Примечание 2 – Может потребоваться введение поправки на наличие химических примесей.

6.6 Ди-*н*-бутилсульфидс содержанием серы 21,92 % масс. и относительной молекулярной массой 146,29(см. примечание 2).

6.7 Тионафтен (1-бензотиофен)ссодержанием серы 23,90 % масс. и относительной молекулярной массой 134,20 (см. примечание 2).

6.8 Кварцевая вата или другой стабильный абсорбент,выдерживающий температуру печи (см. примечание 3).

Примечание 3 – Материалы, соответствующие требованиям 6.8, обеспечивают равномерный ввод образца в лодочку иудалениекапель пробы с кончика иглы шприца перед введением образца в печь. Следуют рекомендациям изготовителя по эксплуатации прибора.

6.9 Исходный раствор серы, 1000 мкг S/мл

В тарированную мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ взвешивают приблизительно 0,5748 г дибензотиофена,0,4562 г ди-*н*-бутилсульфида или 0,4184 г тионафтена и доводятвыбранным растворителем до метки. При необходимости этот раствор можно дополнительно разбавитьдля получения нужной концентрации серы (см. примечания 4−7).

Примечание 4 – Рабочие стандарты,имитирующиесостав,или соответствующие составу или матрице испытуемых образцов могут снизить смещение результатов испытаний при прямом введениипробы или введении с использованием лодочки.

Примечание 5 – Рабочие стандарты в зависимости от частоты или продолжительностииспользования следует регулярно заменять новыми. Приблизительный срок хранения растворов– 3 месяца.

Примечание 6 – Калибровочные стандарты можноприготовить и разбавитьпо массе, если вычисленные результатыобеспечивают их согласование.

Примечание 7 –Можно использовать имеющиеся в продаже калибровочные стандарты,если проверена их точность, обеспечивающая прецизионность результатов испытаний.

6.10 Образцы контроля качества(QC)

Образцом контроля качества может бытьодин или несколькостабильных жидких нефтепродуктов, являющихся представительными для испытуемых образцов.Образцы QCможно использовать для проверки достоверности результатов испытания (см. раздел 14).

7 Предостережение

Испытания по настоящему методупроводятпри высокой температуре. Следует соблюдать особую осторожность при использовании горючих веществ рядом с печью окислительного пиролиза.

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб – по АСТМ Д 4057 или АСТМ Д 4177. Для предотвращения потерь низкокипящих компонентов, присутствующих в некоторых пробах, пробусразу закупоривают крышкой. После отбора пробдля предотвращения потерисерыили загрязнения при контакте с контейнером для пробыиспытания следуетпроводить по возможностибыстро. (**Предостережение**–При нагревании проб, отобранных при температуре ниже температуры окружающей среды, до температуры окружающей среды их объемможет увеличиться и привести к разрушению контейнера. Не следует заполнятьконтейнерполностью, необходимооставлять достаточный воздушный зазор над образцом для его расширения при нагревании.)

8.2 Если пробуиспытывают не сразу, перед отбором аликвоты для испытаниятщательно перемешивают образец в исходном контейнере.

9 Подготовка аппарата

9.1 Собираютаппарат и проверяютего герметичность в соответствии с инструкцией изготовителя.

9.2 Регулируют аппарат в зависимости от способа ввода пробы в соответствии с условиями, приведеннымив таблице 1.

Т а б л и ц а 1 −Типовые условия проведения испытания

Наименование	Значение
Скорость перемещения поршня шприца (прямой ввод) (700−750), мкл/с	1
Скорость перемещения лодочки (ввод лодочкой) (700−750), мм/мин	140−160
Температура печи, °С	1075±5
Подача кислорода в печь по расходомеру (см. 3.8−4.1), мл/мин	450−500
Подача кислорода по расходомеру (0,4−0,8),мл/мин	10−30
Подача газа-носителя по расходомеру (3,4−3,6), мл/мин	130−160

9.3 Регулируют чувствительность прибора и стабилизируют базовуюлинию, выполняют процедуру обнуления показаний прибора согласно инструкции изготовителя.

10 Калибровка и стандартизация

10.1 Объем образцавыбираютпо таблице 2в соответствии с предполагаемым содержанием серы. При необходимости можно использовать более узкие диапазоны измерений, однако прецизионность метода установлена для диапазонов, приведенных в таблице 2. Следует убедиться, что используемые для калибровки стандартные растворы берут в вилку диапазон концентраций исследуемых образцов. Тщательно готовят соответствующую серию калибровочныхстандартов. Для охвата используемых диапазонов концентраций разбавляют исходный раствор в пределах выбранного диапазона калибровочных характеристик.Число стандартных растворов, используемых для каждой характеристики, может изменяться при условии получения эквивалентныхрезультатов.

Т а б л и ц а 2 − Типичные калибровочные диапазоны содержаниясеры и стандартные концентрации

Содержание серы в нанограммах на микролитр

Диапазон I	ДиапазонII	Диапазон III
0,50	5,00	100,00
1,00	25,00	500,00
2,50	50,00	1000,00
5,00	100,00	–
10,00	–	–
Вводимый объем, мкл		
10−20	5−10	5

10.2 Перед проведением испытания микрошприц несколько раз промываютпробой. При наличии пузырьков в столбике жидкостимикрошприцпромывают исновазаполняют.

10.3 Перед вводом в трубку для сжигания или размещением в лодочку точно измеряютобъем пробы, выбранный по таблице 2 (см.примечания 8−10). Можно использовать два способа измерения-объема пробы.

П р и м е ч а н и е 8 – Ввод одного и того же илиблизкого объема пробы для всеханализируемых материаловв выбранном диапазоне обеспечивает сопоставимые условия сжигания.

П р и м е ч а н и е 9 – Ввод 10 мкл стандартного раствора концентрацией 100 нг/мклбудет соответствоватьточке калибровки 1000 нг или 1,0 мкг.

П р и м е ч а н и е 10 –Можно вводить пробудругого объема, если будет обеспечено полное сгорание образца и прецизионность результатов испытаний.

10.3.1 Объем вводимого материала можноизмеритьнаполнением шприца до выбранного уровня. Выдвигают поршень шприца для заполнения его воздухом, устанавливают нижний мениск жидкости на отметке 10 % делений шкалы шприца и регистрируют объем жидкости в шприце. После ввода образца поршень шприца снова выдвигают, устанавливая на отметке 10% делений шкалы шприца, и снова регистрируют объем жидкости в шприце. Разностьмежду двумя показаниями будет равна объему введенной жидкости (см.примечание 8).

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：https://d.book118.com/536243140235010043