

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33253-
2015

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение общего содержания серы методом
газовой хроматографии с пламенно-
фотометрическим детектированием

НИФСиТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 11070
22 июня 2015 г.



Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

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

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательским институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 47-2015 от 18 июня 2015 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту ASTM D7041-04(2010) Стандартный метод определения общего содержания серы в легких углеводородах, моторном топливе и нефтепродуктах с помощью интерактивной газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим определением.

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальных органах по стандартизации указанных выше государств.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Степень соответствия - идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

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

НЕФТЕПРОДУКТЫ**Определение общего содержания серы методом газовой
Хроматографии с пламенно-фотометрическим детектированием**

Petroleum products. Determination of total sulfur content by gas chromatography method with flame photometric detection

Дата введения —

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение общего содержания серы в жидких углеводородах с температурой конца кипения до 450 °С методом газовой хроматографии с использованием пламенно-фотометрического детектора.

1.2 Настоящий метод можно применять при общем содержании серы от 0,5 до 100 мг/кг.

П р и м е ч а н и е 1 – На основании результатов программы межлабораторных объединенных испытаний 2002 г. был установлен общий предел количественного определения (PLOQ), равный 1 мг/кг.

П р и м е ч а н и е 2 – Можно проводить анализ образцов с другими уровнями общего содержания серы, но для таких образцов не следует применять прецизионность, установленную в настоящем стандарте.

1.3 Значения, установленные в единицах СИ, считаются стандартными.

1.4 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. Специальные указания по технике безопасности приведены в разделе 7.

2 Нормативные ссылки

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

2.1 Стандарты ASTM¹⁾:

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

ASTM D 4052 Test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter (Метод определения плотности, относительной плотности и плотности жидкостей в градусах API цифровым плотномером)

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

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

ASTM E 840 Practice for using flame photometric detectors in gas chromatography (Практика использования пламенно-фотометрических детекторов в газовой хроматографии)

3 Сущность метода

Образец анализируют методом газовой хроматографии с пламенно-фотометрическим детектором. Фиксированное количество образца вводят в газовый хроматограф, в котором образец испаряется. Поток воздуха переносит пары образца в высокотемпературную зону (> 900 °С), в которой присутствующие в образце соединения окисляются. Сера, содержащаяся в соединениях, окисляется до диоксида серы (SO₂). Поток переносит окисленные компоненты в хроматографическую колонку, в ко-

¹⁾ Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM: service@astm.org. В информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

ГОСТ 33253—2015

торой они разделяются, и SO_2 количественно определяется пламенно-фотометрическим детектором. Калибровку детектора выполняют с использованием соответствующего внешнего стандарта.

4 Назначение и применение

4.1 Настоящий метод можно использовать для определения общего содержания серы в технологическом сырье и товарных продуктах в соответствии с областью применения настоящего метода испытаний.

4.2 Даже незначительное содержание серы в технологическом сырье может привести к отравлению дорогостоящих катализаторов, используемых в процессах переработки нефти. Настоящий метод испытаний можно использовать для контроля содержания серы в таком сырье.

5 Аппаратура

5.1 Газовый хроматограф

Газовый хроматограф, оборудованный системой автоматического управления клапанами, обеспечивающий автоматическую калибровку с использованием внешнего стандарта и оснащенный пламенно-фотометрическим детектором с пределом детектирования не более 0,5 мг/кг SO_2 . Хроматограф должен обеспечивать автоматическое управление временем переключения клапанов. Несмотря на то что настоящий метод испытаний первоначально разработан с использованием поточного аналитического измерительного оборудования, работающего в автономном режиме, для настоящего метода также можно использовать соответствующие поточные или лабораторные газовые хроматографы. Типовые параметры прибора приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Типовые параметры прибора

Параметр	Характеристика
Газ-носитель	Очищенный воздух
Скорость потока газа-носителя, см ³ /мин	30
Скорость потока водорода, см ³ /мин	60
Детектор	Пламенно-фотометрический
Температура детектора, °C	120
Температура инжектора, °C	285
Температура печи, °C	1000
Колонка	Трубка из нержавеющей стали длиной 12,2 м (40 футов), диаметром 3,2 мм (1/8 дюйма) с 12 % полифенилового эфира/1,5 % H_3PO_4 на хромосорбе Т 40/60
Температура колонки, °C	115

5.1.1 Контроль газа-носителя и газов детектора

Хроматограф должен быть оборудован регуляторами потока или регуляторами давления, обеспечивающими постоянную подачу газа-носителя и газов детектора. Следует использовать электронную систему регулирования потока или давления.

5.1.2 Система ввода пробы

Следует использовать автоматическое устройство ввода пробы. Инжектор должен обеспечивать ввод в газовый хроматограф небольших объемов пробы от 0,1 до 1,0 мкл с требуемой точностью и воспроизводимостью. Рекомендуется использовать краны-дозаторы для ввода жидких проб поворотного или поршневого типа или автоматические инжекторы. Кран или инжектор должны быть оборудованы секцией нагреваемого испарителя, обеспечивающей нагрев не ниже 285 °C.

5.2 Пиролизная печь

Печь, обеспечивающая поддержание температуры (>900 °C), достаточной для пиролиза всей пробы и окисления серы в серосодержащих соединениях до SO_2 .

5.3 Кварцевая трубка для сжигания

Кварцевая трубка, выдерживающая нагревание до температуры 1200 °C. Окислительная секция должна быть достаточно большой для обеспечения полного окисления пробы.