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



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
24676 –
201

*(Проект, первая
редакция)*

ПЕНТАНЫ

Метод определения углеводородного состава

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Предисловие

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

Цели, основные принципы и 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 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Волжский научно-исследовательский институт углеводородного сырья» (ОАО «ВНИИУС»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от _____ № _____)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

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 так же в сети Интернет на сайтах соответствующих органов по стандартизации.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) «Межгосударственные стандарты», а текст изменений – в информационных указателях «Межгосударственные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Межгосударственные стандарты»

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

Содержание

1 Область применения.....	
2 Нормативные ссылки.....	
3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.....	
4 Сущность метода	
5 Требования безопасности, охраны окружающей среды.....	
6 Квалификация исполнителей.....	
7 Условия измерений.....	
8 Отбор проб.....	
9 Подготовка к проведению измерений.....	
10 Проведение измерений.....	
11 Обработка результатов	
12 Прецизионность метода.....	
13 Приложение А (рекомендуемое) Контейнер для отбора проб.....	
14 Приложение Б (обязательное) Типовые хроматограммы.....	

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПЕНТАНЫ

Метод определения углеводородного состава

Pentanes. Method for determination of the hydrocarbon compounds

Дата введения – – –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фракции легких углеводородов: пентановую, изопентановую, пентан-изопентановую, изопентан-изоамиленовую и изоамиленовую, вырабатываемые на установках газофракционирования и ректификации, а также на установках изомеризации газо-, нефтеперерабатывающих и нефтехимических предприятий.

Стандарт устанавливает метод определения массовой доли парафинов $C_2 - C_6$, моно- и диолефинов $C_4 - C_5$ в диапазоне от 0,01 % до 99,00 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.013–97 Система стандартов безопасности труда. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103–83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 24676–201

(Проект, первая редакция)

ГОСТ 2517–2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3022–80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 6613–86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 14921–78 Газы углеводородные сжиженные. Метод отбора проб

ГОСТ 17567–81 Хроматография газовая. Термины и определения

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт изменен, то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться измененным стандартом, а при замене на другой стандарт – стандартом, действующим вместо замененного стандарта. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

Следует применять следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- хроматограф, оснащенный:

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228–2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

а) детектором по теплопроводности (далее – ДТП), обеспечивающим предел обнаружения массовой доли компонентов не более 0,001 %. Допускается применять детектор ионизации в пламени (далее – ПИД), обеспечивающий получение результатов в соответствии с настоящей методикой измерений);

б) колонкой насадочной или капиллярной;

в) термостатом колонок, обеспечивающим программируемое регулирование скорости подъема температуры и поддержание заданной температуры с погрешностью не более 0,1 °С в диапазоне рабочих температур

г) программным обеспечением для обработки хроматографических данных, предусматривающим как полностью автоматизированную обработку хроматограмм, так и ручную и позволяющим получать графическое изображение хроматограммы, идентификацию пиков, цифровое значение площадей хроматографических пиков, вычисление результатов анализа методом внутренней нормализации и представление данных;

д) электронными средствами поддержания скорости или давления потоков газа-носителя, водорода и воздуха, обеспечивающими стабильность получения характеристик удерживания измеряемых компонентов,

е) испарителем насадочным или капиллярным

- редуктор баллонный по ГОСТ 13861;

- вакуумный насос любого типа;

- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,0001 г;

- термометр по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 0,1 °С;

- колба круглодонная типа КГУ–2–2–100 или КГУ–3–2–100 по ГОСТ 25336;

- цилиндр 1–100 по ГОСТ 1770;

- воронка В-34—50 ХС по ГОСТ 25336;

- стакан вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770;

- барометр–анероид с диапазоном измерений от 80 до 106 кПа и ценой деления 0,1 кПа;

- гигрометр с диапазоном измерений относительной влажности от 20 % до 90% и абсолютной погрешностью 5 %;

- пробоотборник металлический по ГОСТ 14921;

ГОСТ 24676–201

(Проект, первая редакция)

- регулируемое пневмосопротивление для ограничения потока анализируемого газа из баллона;

- колбонагреватель лабораторный типа ПЭ–4100;

- сита лабораторные с сетками по ГОСТ 6613;

- печь муфельная электрическая, обеспечивающая нагревание до 1100 °С с погрешностью ± 20 °С.

- микрошприц типа «Hamilton» вместимостью от 2 до 5 мм³, или аналогичного типа для ввода жидких проб.

- шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий нагревание до 150 °С;

– калькулятор;

– чашка фарфоровая по ГОСТ 9147;

– эксикатор 2-230 по ГОСТ 25336.

3.2 Материалы и реактивы

Следует использовать следующие материалы и реактивы:

- вату стеклянную или стеклоткань по ГОСТ 10146;

- гелий газообразный (сжатый) марки А;

- водород по ГОСТ 3022 марки А;

- воздух сжатый класса «0» по ГОСТ 17433;

- носитель твердый – диатомитовый кирпич измельченный (диатомит) фракцией от 0,14 до 0,25 мм или от 0,25 до 0,50 мм или цветохром 1К фракцией от 0,16 до 0,25 мм или от 0,31 до 0,50 мм – жидкие фазы для хроматографии: триэтиленгликольдибутират (далее – ТЭГДБ) или диэтиленгликольдибутират (далее – ДЭГДБ), пентаэритриттетрабутират (далее – ПЭТБ);

3.3 Средства измерений, применяемые при измерениях, должны быть поверены.

3.4 Допускается применять другие средства измерения, метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

4 Сущность метода

Метод основан на газохроматографическом разделении компонентов проб пентановых фракций на индивидуальные компоненты и их последующей регистрации ДТП или ПИД.

Обработку хроматограмм проводят методом внутренней нормализации.

5 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений соблюдают следующие требования.

5.1 Требования техники безопасности при работе с реактивами согласно ГОСТ 12.1.007.

5.2 Правила электробезопасности – в соответствии с ГОСТ 12.1.019, общеэлектротехнической инструкцией по электробезопасности и инструкцией по эксплуатации прибора.

5.3 Требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами – по ГОСТ 12.1.005.

5.4 Помещение лаборатории должно быть оснащено вентиляцией в соответствии с рекомендациями ГОСТ 12.4.021, удовлетворять требованиям пожаро- и взрывобезопасности согласно ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения, регламентированные ГОСТ 12.4.009.

6 Квалификация исполнителей

К выполнению измерений и обработке результатов допускают сотрудников, имеющих среднее специальное или высшее образование, или квалификационное удостоверение лаборанта химического анализа не ниже IV разряда, разрешение для работы с газами, находящимися в баллонах под давлением, легковоспламеняющимися жидкостями и электроизмерительными приборами, применяемое напряжение в которых не превышает 1000 В, владеющие техникой анализа методом газовой хроматографии, знающие алгоритм обработки результатов измерений, строго соблюдающие инструкцию по эксплуатации газового хроматографа.

7 Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

7.1 Общие условия

- | | |
|--|---------------------------------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 30; |
| – относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| – атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) | от 84,0 до 106,7;
(от 630 до 800); |
| – напряжение переменного тока, В | 220 ± 22; |
| – частота переменного тока, Гц | 50 ± 1; |
| – отсутствие механических воздействий, внешних электрических и магнитных полей, влияющих на работу аппаратуры; | |

– содержание агрессивных газов и паров, уровень рентгеновского излучения должны быть в пределах санитарных норм.

7.2 Условия выполнения хроматографических измерений

7.2.1 Требования к насадочной составной колонке:

- общая длина колонки, м	6
- диаметр колонки, мм	3
- секция 1 – (25 г ТЭГДБа на 100 г твердого носителя), м	3
- секция 2 – (25 г ПЭТБ на 100 г твердого носителя), м	3
- температура термостата, °С	40–50
- газ-носитель: (ДТП)	гелий
(ПИД)	гелий, азот
- расход газа-носителя, см ³ /мин	40–50
- объём пробы (ДТП), мм ³	2–5
(ПИД), мм ³	0,1–0,2
- продолжительность анализа, мин	20–25

П р и м е ч а н и е – При использовании других типов хроматографов условия проведения анализа должны быть подобраны с учетом особенностей прибора. При этом степень разделения компонентов должна быть не хуже, чем на типовых хроматограммах.

7.2.2 Условия измерений на рекомендуемых капиллярных колонках:

Колонка	капиллярная DB – 1	капиллярная (PLOT)
Материал	кварц	кварц
Длина колонки, м	100	30
Внутренний диаметр колонки, мм	0,25	0,53
Неподвижная фаза, толщина пленки, мкм	полиметилсилоксан, 0,5	
Сорбент, мкм	–	Al ₂ O ₃ /Na ₂ SO ₄ , 15

Температура термостата колонок, °С:		
- начальная	35	35
Время первой изотермы, мин	13	2,5
1–я скорость программирования температуры термостата колонки, °С/мин	3	5
время второй изотермы, мин	15	13
2–я скорость программирования температуры термостата колонки, °С/мин	1	10
время третьей изотермы, мин	15	–
3–я скорость программирования температуры термостата колонки, °С/мин	2	–
время четвёртой изотермы, мин	0	–
4–я скорость программирования температуры термостата колонки, °С/мин	4	–
Конечная температура программирования, °С	250	180
Температура испарителя, °С	100	100
Температура детектора, °С	250	250
Температура крана-переключателя обратной продувки, °С	120	–
Газ-носитель	гелий (азот)	
расход газа-носителя, см ³ /мин	40	6,5
расход водорода, см ³ /мин	20	50
расход воздуха, см ³ /мин	200	500
Деление потока	–	1:40
Объем пробы, мм ³	0,50	
Время измерений, мин	20–25	

Примечание – В зависимости от используемой модели хроматографа и аналитической колонки допускается изменение условий измерений с целью их оптимизации для обеспечения разделения компонентов не хуже, чем на типовых хроматограммах.

8 Отбор и хранение проб

8.1 Отбор проб пентановых фракций – по ГОСТ 2517 в герметичные пробоотборники типа ПГО по ГОСТ 14921 из нержавеющей стали вместимостью от 50 до 100 см³.

П р и м е ч а н и е – Допускается использовать для отбора проб пентановых фракций стеклянную емкость типа виалы или пенициллинового флакона вместимостью от 25 до 50 см³ с навинчивающейся или обжимной крышкой со сквозным отверстием, герметизированным изнутри прокладкой из маслобензостойкой самоуплотняющейся резины. Флакон помещают в латунный или эбонитовый контейнер (стакан) со смотровой прорезью и навинчивающейся крышкой, имеющей в центре отверстие для отбора проб, и плотно прижимающей пробку к горловине флакона. Схема контейнера приведена на рисунке А.1 приложения А.

При отборе проб пентанов на штуцер пробоотборной точки навинчивают гайку с вмонтированной в нее иглой от шприца. Для заполнения склянки пробой прокалывают пробку склянки иглой. Одновременно в отверстие на крышке стакана вставляют другую иглу для вытеснения воздуха.

8.2 Пробы пентановых фракций отбирают из трубопроводов или емкостей для хранения в специально оборудованных точках отбора таким образом, чтобы состав продукта в отобранном образце соответствовал его составу в точке отбора.

8.3 Линия отбора проб должна быть по возможности короткой, изготовлена из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т или 08Х18Н12Т, или другой с аналогичными свойствами, и оборудована приборами контроля давления и температуры продукта.

П р и м е ч а н и я

1 В точках отбора устанавливают фильтры для улавливания механических частиц.

2 В местах отбора проб не должно быть покрытий, содержащих органические материалы.

8.4 При отборе проб пентанов оператор должен иметь средства индивидуальной защиты: защитные очки по ГОСТ 12.4.013, спецодежду и обувь по ГОСТ 12.4.103 в соответствии с нормативной документацией, утвержденной в установленном порядке.

8.5 Пробу маркируют, указывая место, время отбора и давление в пробоотборнике.

8.6 Анализируемые образцы хранят при температуре не выше 15 °С.

9 Подготовка к проведению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы.

9.1 Установка хроматографических колонок

Для измерений применяют любые насадочные или капиллярные хроматографические колонки, обеспечивающие необходимую степень разделения компонентов измеряемой пробы, которая должна быть не менее 1,0. Степень разделения вычисляют по ГОСТ 17567.

В настоящем стандарте для измерения массовой доли компонентов пентановых фракций используют составную насадочную колонку с диатомитовым носителем, обработанным ТЭГДБ и ПЭТБ, или капиллярные колонки типа DB– 1 с полидиметилсилоксановой пленкой или Plot $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{SO}_4$ на основе оксида алюминия, модифицированного сульфатом натрия.

9.1.1 Приготовление сорбентов

Диатомитовый кирпич требуемой фракции отмывают от пыли водопроводной водой и заливают соляной кислотой, в которой выдерживают в течение 3 ч. Затем сливают кислоту и промывают диатомитовый кирпич дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора, сушат в сушильном шкафу при температуре 150 °С и прокалывают в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 3 ч. Прокаленный диатомитовый кирпич охлаждают в эксикаторе.

Твердый носитель цветохром 1К сушат в сушильном шкафу при температуре 150 °С - 200 °С в течение 3 ч и охлаждают в эксикаторе. На охлажденный твердый носитель наносят жидкую фазу от 15 % до 25% от массы твердого носителя. Для этого в две круглодонные колбы помещают одинаковые количества твердого носителя и наливают в одну колбу раствор ТЭГДБ (или ДЭГДБ) в ацетоне или диэтиловом эфире, в другую – раствор ПЭТБ в ацетоне или эфире. Объем растворителя должен быть таким, чтобы весь носитель был покрыт раствором. Содержимое колб тщательно перемешивают и испаряют растворитель, используя колбонагреватель, при температуре от 75 °С до 80 °С при постоянном перемешивании. Остатки растворителя удаляют с помощью вакуума, создаваемого водоструйным или вакуумным насосом, в течение 30 – 40 мин при той же температуре. Высушенные сорбенты пропускают через сита и хранят в закрытых склянках.

9.2 Подготовка хроматографических колонок

9.2.1 Для анализа применяют хроматографическую колонку, состоящую из двух секций длиной 3 м каждая. Подготовку хроматографических колонок и заполнение сорбентом выполняют по инструкции, прилагаемой к хроматографу. Первую секцию колонки по ходу газа-носителя заполняют сорбентом с ТЭГДБ, вторую – с ПЭТБ. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не при-

соединяя к детектору, стабилизируют сорбент при температуре 80 °С в токе газоносителя с расходом от 40 до 50 см³/мин в течение 5 – 7 ч. Затем охлаждают колонку до температуры окружающей среды, соединяют ее выходной конец с детектором и проверяют герметичность газовой линии.

При определении компонентного состава пентановых фракций, в которых отсутствуют примеси олефиновых углеводородов, обе секции составной хроматографической колонки могут быть заполнены сорбентом с ТЭГДБ.

10 Проведение измерений

10.1 Включают хроматограф согласно прилагаемой к нему инструкции. После установления стабильной нулевой линии на максимально чувствительной шкале прибора приступают к выполнению анализа.

10.2 Пробу анализируемого продукта из пробоотборника (или контейнера для отбора проб), предварительно охлажденного до температуры от 0 °С до 5°С, отбирают охлажденным шприцом и быстро вводят в испаритель хроматографа.

Типовые хроматограммы пентановых фракций и искусственной смеси, полученные при условиях измерений, указанных выше, приведены на рисунках Б.1 – Б.10 приложения Б.

11 Обработка результатов

11.1 Качественный состав анализируемого продукта определяют по относительным удерживаемым объемам, приведенным в таблице 1, и по типовым хроматограммам, приведенным на рисунках Б.1 – Б.10 приложения Б.

11.2 За вещество сравнения принимают *n*-пентан, за несорбирующийся компонент – воздух. Относительный удерживаемый объем $V_{отн}$ вычисляют по формуле

$$V_{отн} = \frac{l_i - l_0}{l_R - l_0}, \quad (1)$$

где l_R – расстояние удерживания вещества сравнения, единицы измерения;

l_0 – расстояние удерживания несорбирующегося вещества, единицы измерения;

l_i – расстояние удерживания *i*-го компонента, единицы измерения.

Т а б л и ц а 1 – Относительные удерживаемые объемы компонентов на насадочных колонках

Компонент	Триэтиленгликольдибутират+ пентаэритриттетрабутират	Триэтиленгликольдибутират
Этан	0,05	0,04
Этен	0,05	0,04
Пропан	0,14	0,14
Пропен	0,19	0,17
Изобутан	0,27	0,26
<i>n</i> -Бутан	0,39	0,38
2,2-Диметилпропан	0,41	0,41
Бутен –1	0,50	0,50
Изобутен	0,50	0,50
<i>транс</i> -Бутен-2	0,61	0,61
<i>цис</i> -Бутен-2	0,70	0,72
Изопентан	0,80	0,78
3-Метилбутен-1	0,89	0,89
<i>n</i> -Пентан	1,00	1,00
Пентан-1	1,22	1,26
2-Метилбутен-1	1,38	1,41
2,2-Диметилбутан	1,41	1,41
<i>транс</i> -Пентен-2	1,48	1,53
<i>цис</i> -Пентен-2	1,61	1,65
2-Метилбутен-2	1,77	1,83
2,3-Диметилбутан	1,92	1,97
2-Метилпентан	1,92	1,97
Изопрен	2,17	2,26
3-Метилпентан	2,25	2,37
Циклопентан	2,34	2,37
<i>n</i> -Гексан	2,58	2,43

11.3 Количественный состав анализируемого продукта вычисляют методом внутренней нормализации площадей пиков, используя программное обеспечение.

Приведенную площадь пика углеводорода S_i вычисляют по формуле

$$S_i = S_i^* \cdot K_i, \quad (2)$$

где S_i^* – площадь пика;

i – компонента, единицы измерений;

K_i – относительный коэффициент чувствительности.

Коэффициенты чувствительности для ДТП и ПИД при использовании в качестве газа-носителя гелия приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Относительные коэффициенты чувствительности

Компонент	Коэффициенты чувствительности	
	ДТП	ПВД
Этан	0,87	1,03
Этен	0,86	0,97
Пропан	1,00	1,01
Пропен	0,96	0,97
<i>n</i> -Бутан	1,00	1,00
Изобутан	1,04	1,00
2,2-Диметилпропан	1,06	0,99
Бутен-1	1,02	0,97
Изобутен	1,00	0,97
<i>транс</i> -Бутен-2	0,97	0,97
<i>цис</i> -Бутен-2	0,95	0,97
Изопентан	1,04	0,99
3-Метилбутен-1	1,04	0,97
<i>n</i> -Пентан	1,01	0,99
Пентен-1	1,04	0,97
2-Метилбутен-1	1,04	0,97
<i>транс</i> -Пентен-2	0,99	0,97
2,2-Диметилбутан	1,09	0,99
<i>цис</i> -Пентен-2	1,04	0,97
2-Метилбутен-2	1,04	0,97
2,3-Диметилбутан	1,09	0,99
2-Метилпентан	1,05	0,99
3-Метилпентан	1,07	0,99
Циклопентан	1,06	0,97
Изопрен	1,08	0,94
<i>n</i> -Гексан	1,03	0,99

11.4 Массовую долю каждого компонента в анализируемой пробе S_i , %, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i}{\sum S_i} \cdot 100, \quad (3)$$

где S_i – приведенная площадь пика углеводорода, единицы площади;

$\sum S_i$ – сумма приведенных площадей пиков всех углеводородов, единицы площади.

11.5 За результат измерений принимают среднеарифметическое двух последовательных измерений (%), вычисленных с точностью до второго десятичного знака.

12 Прецизионность метода

12.1 Повторяемость (сходимость)

Два результата испытания, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице 3.

12.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными с 95%-ной доверительной вероятностью, если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Значения показателей прецизионности метода

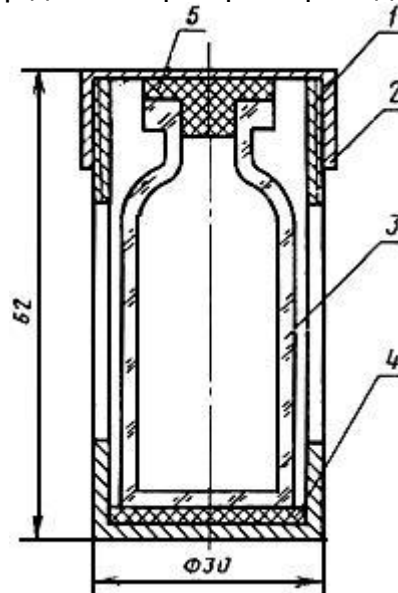
Углеводород	Диапазон измерений, массовая доля, %	Повторяемость (сходимость) r , массовая доля, %	Воспроизводимость R , массовая доля, %
Сумма парафинов $C_2 - C_4$	До 0,2 включ.	0,02	0,03
	Св. 0,2 до 0,6 вкл.	0,05	0,09
	Св. 0,6 до 2,0 вкл.	0,15	0,32
	Св. 2,0 до 6,0 вкл.	0,42	0,96
Изопентан, n -пентан	До 3,0 включ.	0,15	0,29
	Св. 3,0 до 10,0 вкл.	0,40	0,87
	Св. 10,0 до 20,0 вкл.	0,75	1,70
	Св. 80,0 до 99,0 вкл.	0,46	1,26
Циклопентан+сумма C_6	До 0,3 включ.	0,05	0,06
	Св. 0,3 до 1,0 вкл.	0,07	0,13
	Св. 1,0 до 3,0 вкл.	0,12	0,30
	Св. 3,0 до 6,0 вкл.	0,20	0,57
Сумма олефинов $C_4 - C_5$	До 0,3 включ.	0,04	0,08
	Св. 0,3 до 1,0 вкл.	0,10	0,16

Приложение А

(рекомендуемое)

Контейнер для отбора проб

Рекомендуемый контейнер для отбора проб приведен на рисунке А.1.



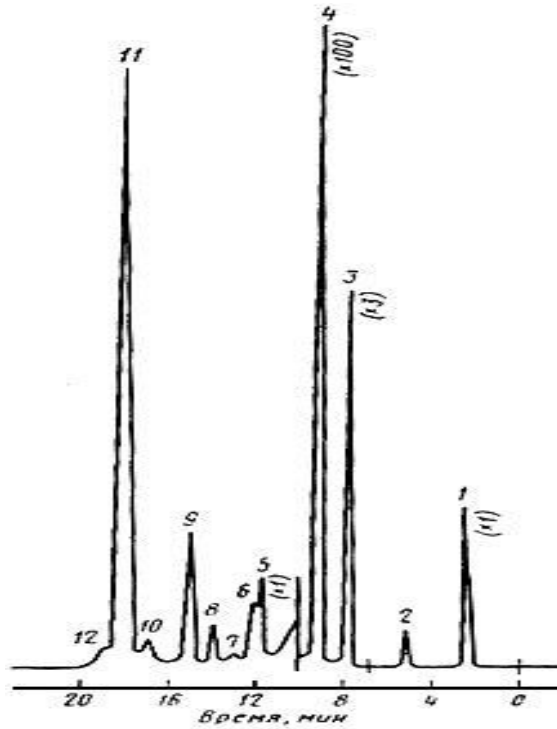
1 – латунный стакан; 2 – крышка стакана; 3 – пенициллиновый флакон; 4 – резиновая прокладка; 5 – пробка.

Рисунок А.1 – Контейнер для отбора проб

Приложение Б
(обязательное)

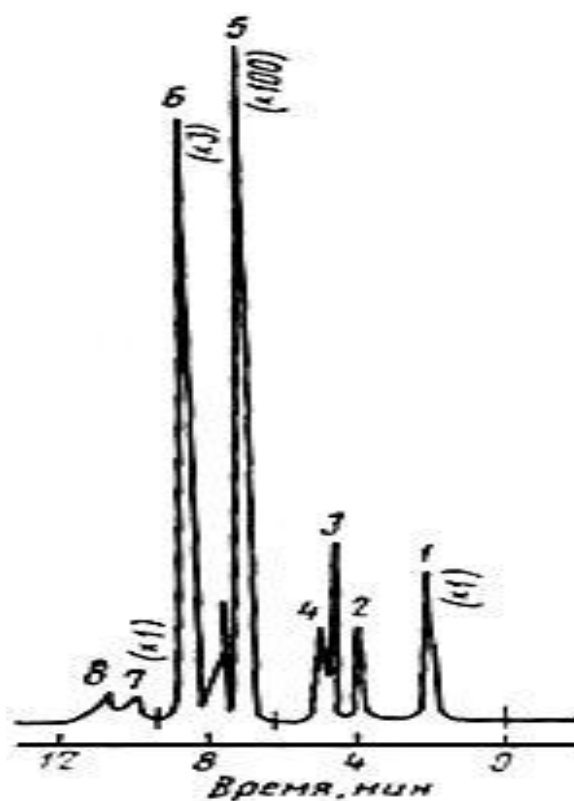
Типовые хроматограммы

Типовые хроматограммы представлены на рисунках Б.1 – Б.10.



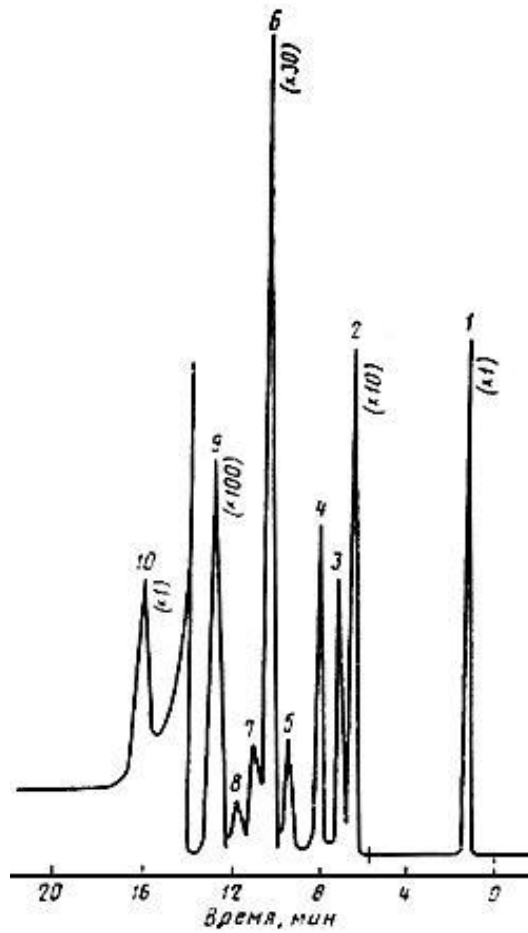
1 – воздух; 2 – *n*-бутан; 3 – изопентан; 4 – *n*-пентан; 5 – 2,2-диметилбутан;
6 – *транс*-пентен-2; 7 – *цис*-пентен-2; 8 – 2-метилбутен-2; 9 – 2,3--диметил-
бутан+2-метилпентан; 10 – 3-метилпентан; 11 – циклопентан; 12 – *n*-гексан

Рисунок Б.1 – Типовая хроматограмма фракции пентановой на колонке с триэтил-
ленгликольдибутиратом + пентаэритриттетрабутиратом



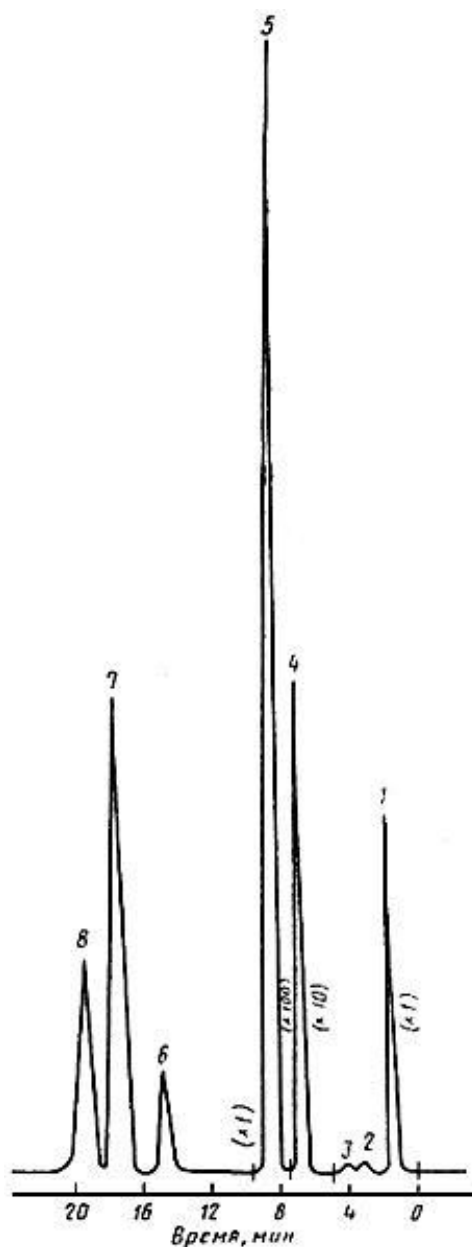
1 – воздух; 2 – изобутан; 3 – *n*-бутан; 4 – 2,2-диметилпропан; 5 – изопентан;
6 – *n*-пентан; 7 – пентен-1; 8 – 2-метилбутен-1

Рисунок Б.2 – Типовая хроматограмма изопентановой фракции на колонке с три-этиленгликольдибутиратом + пентаэритриттетрабутиратом



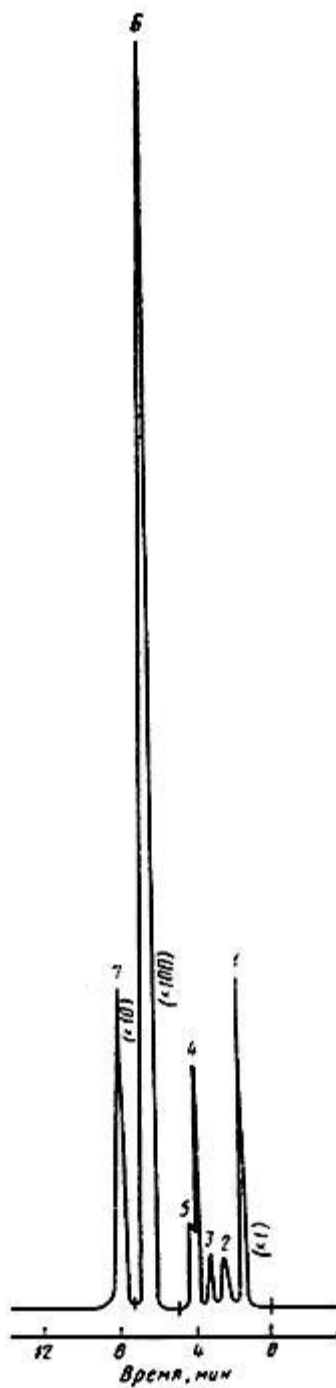
1 – воздух; 2 – изопентан; 3 – 3-метилбутен-1; 4 – пентан; 5 – пентен-1;
6 – 2-метилбутен-1; 7 – транс-пентен-2; 8 – *цис*-пентен-2; 9 – 2-метилбутен-2;
10 – изопрен

Рисунок Б.3 – Типовая хроматограмма фракции изоамиленовой на колонке с три-этиленгликольдибутиратом + пентаэритриттетрабутиратом



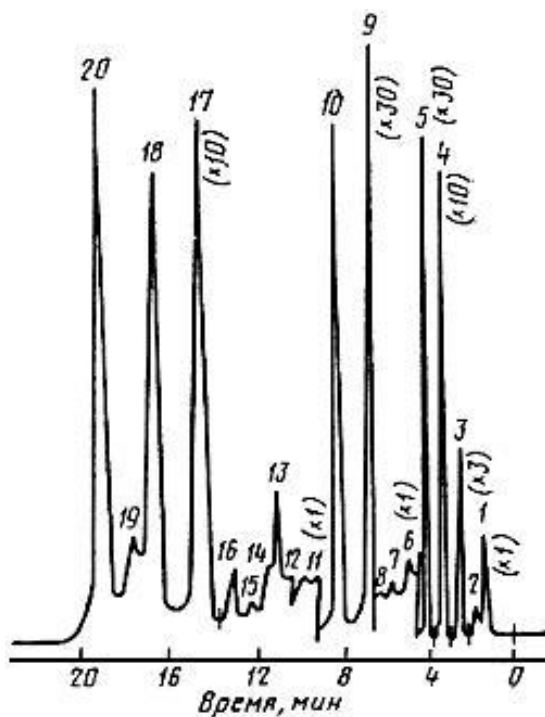
1 – воздух; 2 – изобутан; 3 – *n*-бутан; 4 – изопентан; 5 – *n*-пентан;
6 – 2,3-диметилбутан+2-метилпентан; 7 – 3-метилпентан+циклопентан; 8 – *n*-гексан

Рисунок Б.4 – Типовая хроматограмма пентановой фракции на колонке с триэтил-
ленгликольдибутиратом



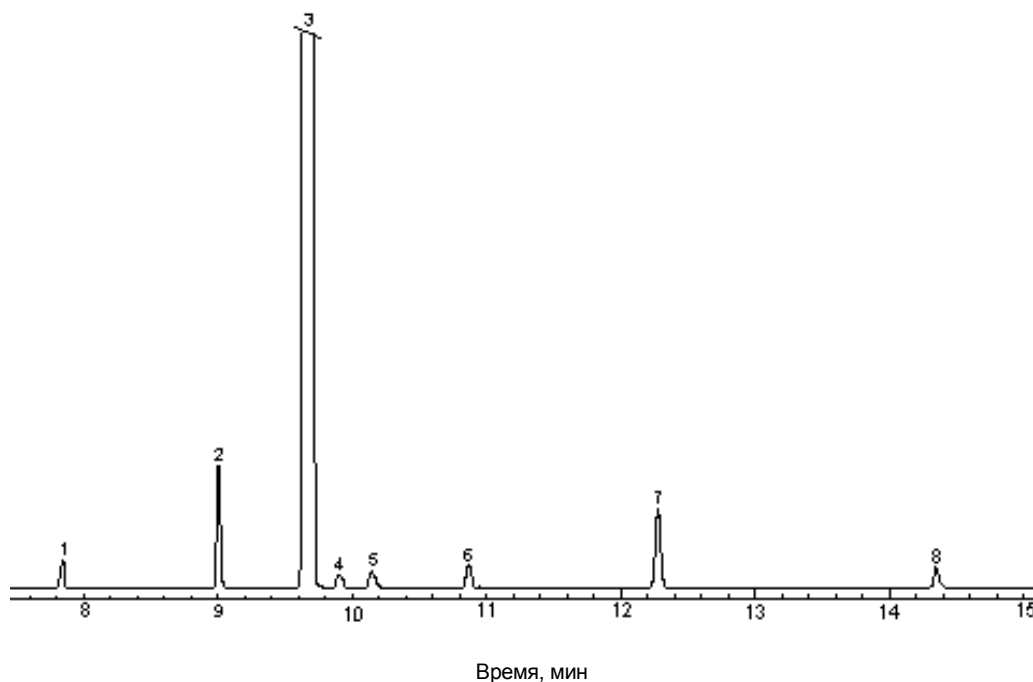
1 – воздух; 2 – пропан; 3 – изобутан; 4 – *n*-бутан; 5 – 2,2-диметилпропан;
6 – изопентан; 7 – *n*-пентан

Рисунок Б.5 –Типовая хроматограмма фракции изопентановой на колонке с триэтил-
ленгликольдибутиратом



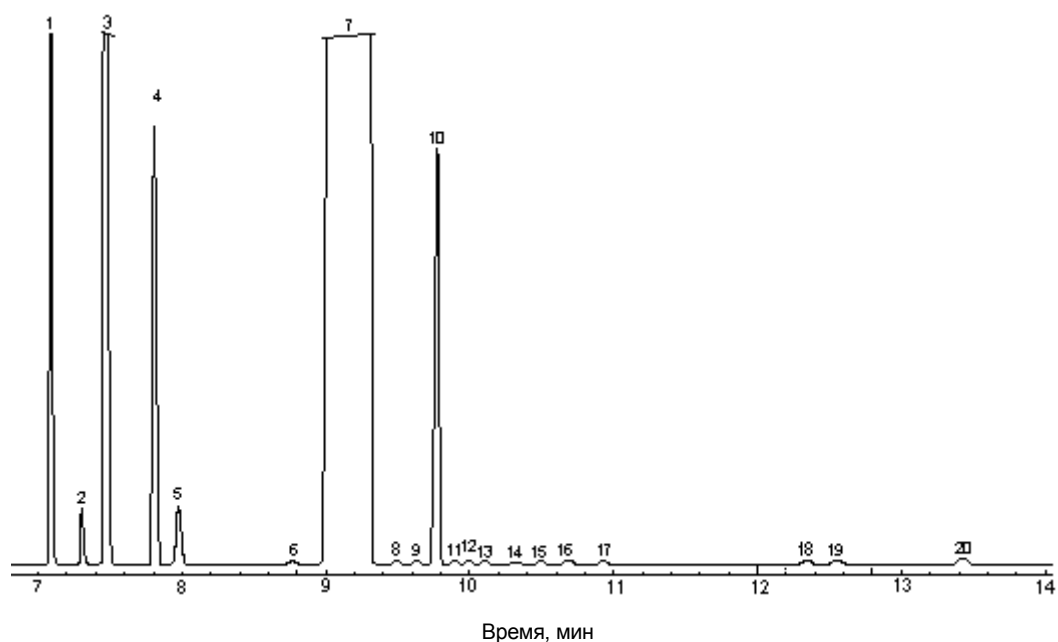
1 – воздух; 2 – этан; 3 – пропан; 4 – изобутан; 5 – *n*-бутан;
 6 – бутен-1+изобутен; 7 – *транс*-бутен-2; 8 – *цис*-бутен-2; 9 – изопентан;
 10 – *n*-пентан; 11 – пентен-1; 12 – 2-метилбутен-1; 13 – 2,2-диметилбутан;
 14 – *транс*-пентен-2; 15 – *цис*-пентен-2; 16 – 2-метилбутен-2;
 17 – 2,3-диметилбутан+ 2-метилпентан; 18 – 3-метилпентан; 19 – циклопентан;
 20 – *n*-гексан

Рисунок Б.6 – Типовая хроматограмма имитированной смеси углеводородов C₂ – C₆ на колонке с триэтиленгликольдибутиратом + пентаэритриттетрабутиратом



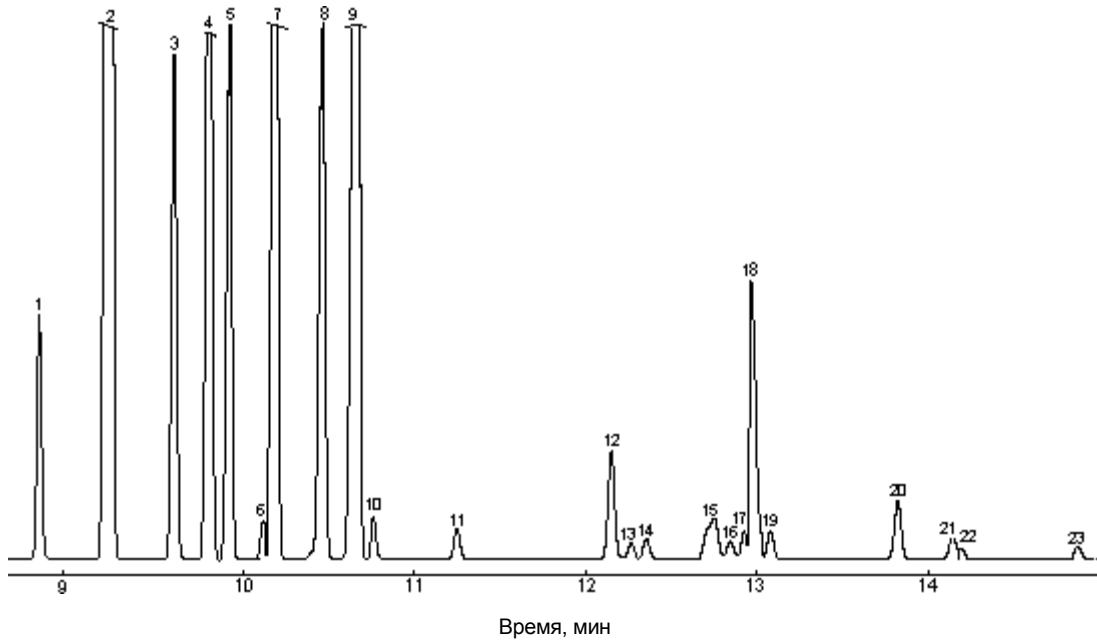
1 – *n*-бутан; 2 – изопентан; 3 – *n*-пентан; 4 – *транс*-пентен-2;
5 – *цис*-пентен-2; 6 – 2,2-диметилбутан; 7 – циклопентан; 8 – *n*-гексан

Рисунок Б.7 – Типовая хроматограмма фракции *n*-пентана на колонке с
DB-1 100м*0,25мм*0,5мкм (ДИП) (газ-носитель – гелий)



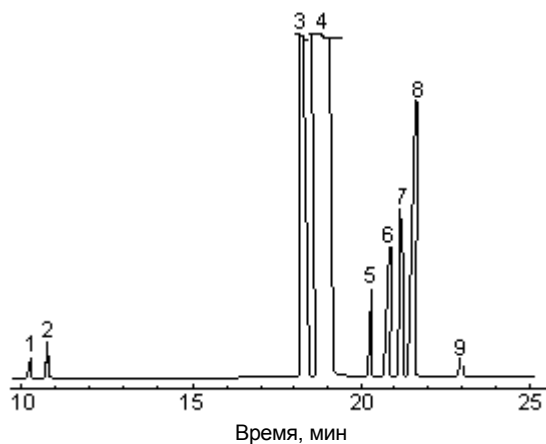
1 – пропан; 2 – пропадиен; 3 – изобутан; 4 – *n*-бутан; 5 – 2,2-дибутилпропан; 6 – 3-метилбутен-1; 7 – изопентан; 8 – пентен-1; 9 – 2-метилбутен-1; 10 – *n*-пентан; 11 – изопрен; 12 – *транс*-бутен-2; 13 – 3,3-диметилбутен-1; 14 – *цис*-бутен-2; 15 – 2-метилбутен-2; 16 – *транс*-пентадиен-1,3; 17 – 2,2-диметилбутан; 18 – циклопентан; 19 – 2-метилпентан; 20 – 3-метилпентан

Рисунок Б.8 – Типовая хроматограмма фракции изопентана на колонке с DV-1 100м*0,25мм*0,5мкм (ДИП-1) (газ-носитель – гелий)



1 – 3-метилбутен-1; 2 – изопентан; 3 – пентен-1; 4 – 2-метилбутен-1;
5 – *n*-пентан; 6 – изопрен; 7 – *транс*-пентен-2; 8 – *цис*-пентен-2; 9 – 2-метилбутен-2;
10 – *транс*пентадиен-1,3; 11 – 2,2-диметилбутан; 12 – циклопентен;
13 – 4-метилпентен-1; 14 – 3-метилпентен-1; 15 – циклопентан+2,3 диметилбутан;
16 – 2,3 диметилбутен-1; 17 – 4-метил-*транс*-пентен-2; 18 – 2-метилпентан;
19 – 4-метил-*цис*-пентен-2; 20 – 3-метилпентан; 21 – 2-метил-пентен-1; 22 – гексен-1
23 – этилбутен

Рисунок Б.9 – Типовая хроматограмма фракции изоамиленовой на колонке с
DB-1 100м*0,25мм*0,5мкм (ДИП) (газ-носитель – гелий)



1 – изобутан; 2 – *n*-бутан; 3 – изопентан; 4 – *n*-пентан; 5 – *транс*-пентен-2;

6 – 2-метилбутен; 7 – пентен-1; 8 – *цис*-пентен-2; 9 – *n*-гексан

Рисунок Б.10 – Типовая хроматограмма фракции *n*-пентана на колонке с HP-PLOT Al_2O_3 (ДИП-1) (газ-носитель – гелий)

УДК 661.715.25:543.06:006.354

МКС 75.160.30

Ключевые слова: пентаны, определение углеводородного состава

Заместитель генерального директора

А.Ф. Вильданов

Зав. отделом стандартизации

М.М. Латыпова