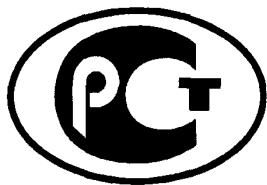

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**



**НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

ГОСТ Р

—

*(Проект,
редакция)*

первая

**УГЛЕВОДОРОДЫ ГАЗООБРАЗНЫЕ
И ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ**

**Определение общего содержания летучей серы методом
ультрафиолетовой флуоресценцией**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом 52 «Природный и сжиженные газы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от _____ г. № _____

4 Настоящий стандарт является идентичным стандарту ASTM D 6667–10 «Стандартный метод определения общей летучей серы в газообразных углеводородах и сжиженных нефтяных газах ультрафиолетовой флуоресценцией» (ASTM D 6667–10 Standard test method for determination of total volatile sulfur in gaseous hydrocarbons and liquefied petroleum gases by ultraviolet fluorescence).

Стандарт разработан подкомитетом D02.03 «Элементный анализ», входящим в состав комитета D02 «Нефтяные продукты, жидкие топлива и смазочные материалы» Американского общества по испытаниям и материалам.

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 – 2004 (подраздел 3.5).

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

Степень соответствия - идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в [ГОСТ Р 1.0–2012](#) (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в годовом (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в

ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартиформ, 201

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УГЛЕВОДОРОДЫ ГАЗООБРАЗНЫЕ И ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение общего содержания летучей серы методом ультрафиолетовой
флуоресценцией

Hydrocarbons gaseous and gases petroleum liquefied. Determination of total volatile
sulfur by ultraviolet fluorescence

Дата введения – – –

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания летучей серы в газообразных углеводородах и сжиженных углеводородных газах. Он применим для анализа природных, переработанных и товарных продуктов с содержанием серы в диапазоне от 1 до 100 мг/кг (см. примечание 1).

Примечание 1 – Оценка суммарного предела количественного определения, информация о стабильности проб и другая информация, полученная по результатам межлабораторных исследований прецизионности метода, приведена в отчете АСТМ.

1.2 Метод не позволяет определить соединения серы, которые не испаряются в условиях проведения испытания.

1.3 Настоящий метод применим для определения общего содержания летучей серы в сжиженных углеводородных газах при содержании галогенов менее 0,35 % масс.

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 в 3.1 и разделах 6 и 7.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты АСТМ:

АСТМ Д 1070 Стандартный метод определения относительной плотности газообразных топлив (ASTM D 1070 Standard test methods for relative density of gaseous fuels)

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

АСТМ Д 3700 Стандартная практика отбора проб сжиженных нефтяных газов с использованием цилиндра с плавающим поршнем (ASTM D 3700 Standard practice for obtaining LPG samples using a floating piston cylinder)

АСТМ Д 5287 Стандартная практика автоматического отбора проб газообразных топлив (ASTM D 5287 Standard practice for automatic sampling of gaseous fuels)

АСТМ Д 6299 Стандартная практика применения статистических методов контроля качества и контрольных карт для оценки аналитических измерительных систем (ASTM D 6299 Standard practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance)

АСТМ Ф 307 Стандартная практика отбора проб сжатого газа для анализов (ASTM F 307 Standard practice for sampling pressurized gas for gas analysis)

2.2 Стандарты Ассоциации переработчиков газа (GPA)

GPA 2166 Получение проб природного газа для анализов газовой хроматографией (GPA 2166 Obtaining natural gas samples for analysis by gas chromatography)

GPA 2174 Получение проб жидкого углеводорода для анализов газовой хроматографией (Obtaining liquid hydrocarbon samples for analysis by gas chromatography)

3 Сущность метода

3.1 Пробу сжиженного нефтяного газа вводят нагреваемым краном-дозатором, соединенным с нагреваемой расширительной камерой. Затем проба в газообразном состоянии попадает в трубку для высокотемпературного сжигания, в которой сера окисляется в насыщенной кислородом атмосфере до

диоксида серы (SO_2). Удаляют образующуюся при сжигании пробы воду, а полученные при сжигании газы подвергаются ультрафиолетовому воздействию. Диоксид серы поглощает энергию ультрафиолетового излучения и превращается в возбужденный диоксид серы. Сигнал флуоресценции возбужденной диоксида серы при ее возвращения в стабильное состояние регистрируется фотоэлектронным умножителем и отражает содержание серы в пробе. (**Предупреждение** – Избыточное ультрафиолетовое облучение может оказывать негативное воздействие на здоровье оператора. Оператор должен быть защищен от прямого или рассеянного воздействия ультрафиолетового излучения, особенно тщательно защищают глаза).

4 Назначение и применение

4.1 Наличие серы в сжиженных углеводородных газах, используемых в качестве топлива, способствует выделению SO_x и вызывает коррозию деталей двигателя и выпускной системы. Катализаторы некоторых процессов в нефтехимической промышленности могут быть загрязнены сернистыми соединениями, присутствующими в исходном сырье.

Метод можно использовать для определения серы в технологических потоках, в товарной продукции, а также для определения соответствия требованиям регламентирующих органов.

5 Аппаратура

5.1 Печь

Электрическая печь, обеспечивающая поддержание температуры $(1075 \pm 25)^\circ\text{C}$, достаточной для пиролиза пробы и окисления серы до SO_2 .

5.2 Трубка для сжигания

Кварцевая трубка для сжигания, позволяющая вводить пробу для окисления в нагретую зону печи. Трубка для сжигания должна иметь два боковых отвода для введения кислорода и газа-носителя. Зона окисления (см. рисунок 1) должна обеспечивать полное сгорание пробы (см. 11.3). На рисунке 1 приведена типовая трубка для сжигания. Можно применять другие трубки, не снижающие прецизионность определения.

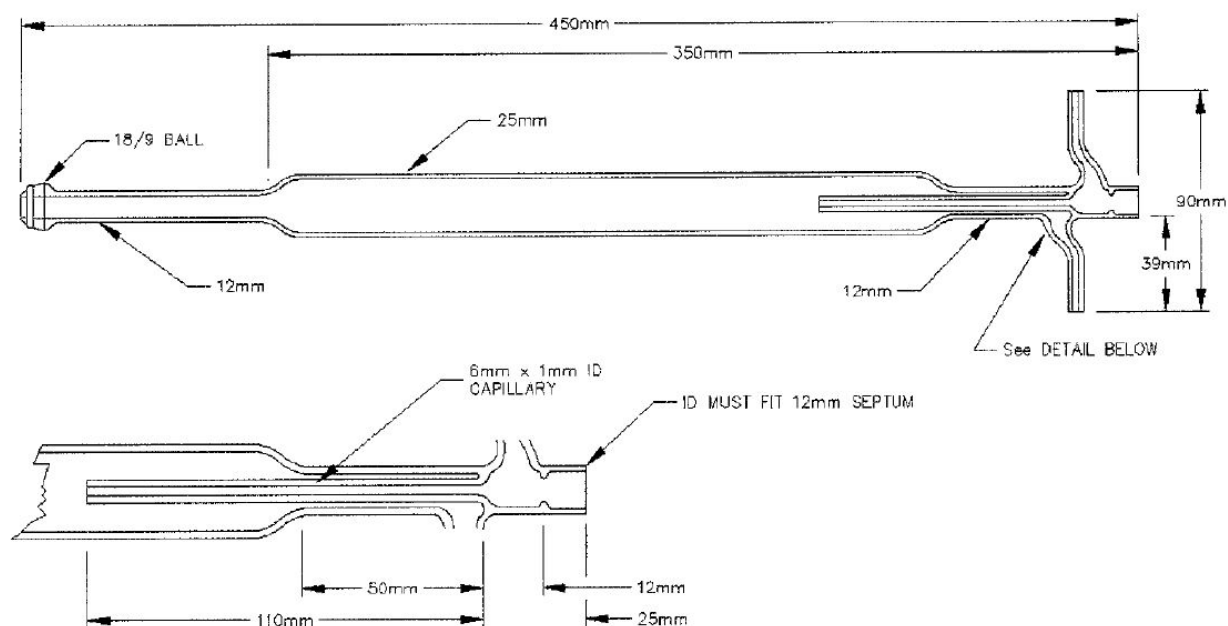


Рисунок 1 – Пример типовой кварцевой трубки для пиролиза с прямым вводом

5.3 Контроль потока

Аппарат должен быть оснащен системой контроля потока, позволяющей поддерживать постоянную подачу кислорода и газа-носителя с заданной скоростью.

5.4 Осушительная трубка

Аппарат должен быть оснащен системой удаления водяных паров, образующихся при сжигании пробы. Для этого применяют мембранную осушительную трубку или осушитель, использующий эффект капиллярного удаления воды.

5.5 Детектор ультрафиолетовой флуоресценции

Детектор для количественного измерения содержания серы при флуоресценции двуокиси серы под воздействием ультрафиолетового излучения

5.6 Система ввода пробы

Система ввода пробы состоит из нагреваемого крана-дозатора для проб в газообразном состоянии и/или крана-дозатора для проб в жидком состоянии, нагреваемой расширительной камеры, подсоединенной к входу в зону окисления (см. рисунок 2). Система продувается инертным газом-носителем и должна обеспечивать введение заданного количества анализируемого материала в зону окисления с контролируемой и воспроизводимой скоростью примерно 30 мл/мин. На рисунке 3 приведен пример такой системы.

2/

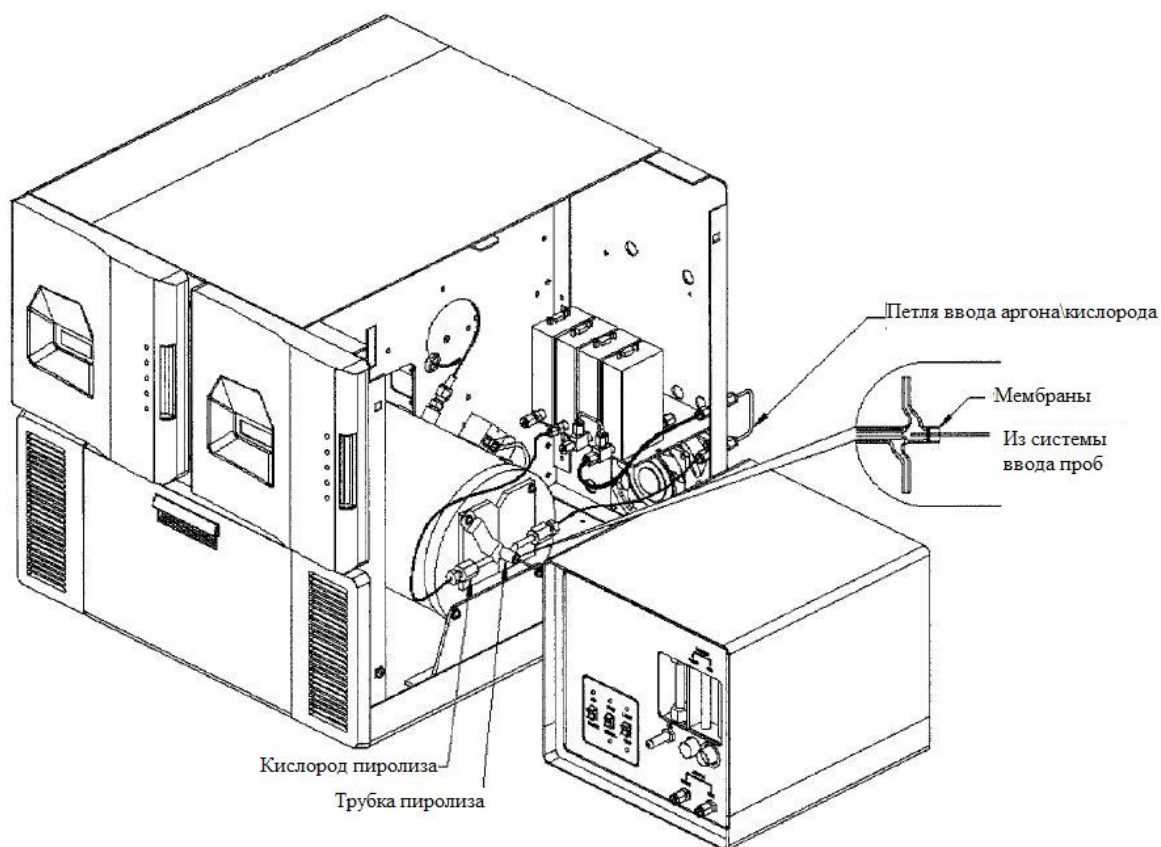


Рисунок 2 – Пример прибора для определения содержания общей серы

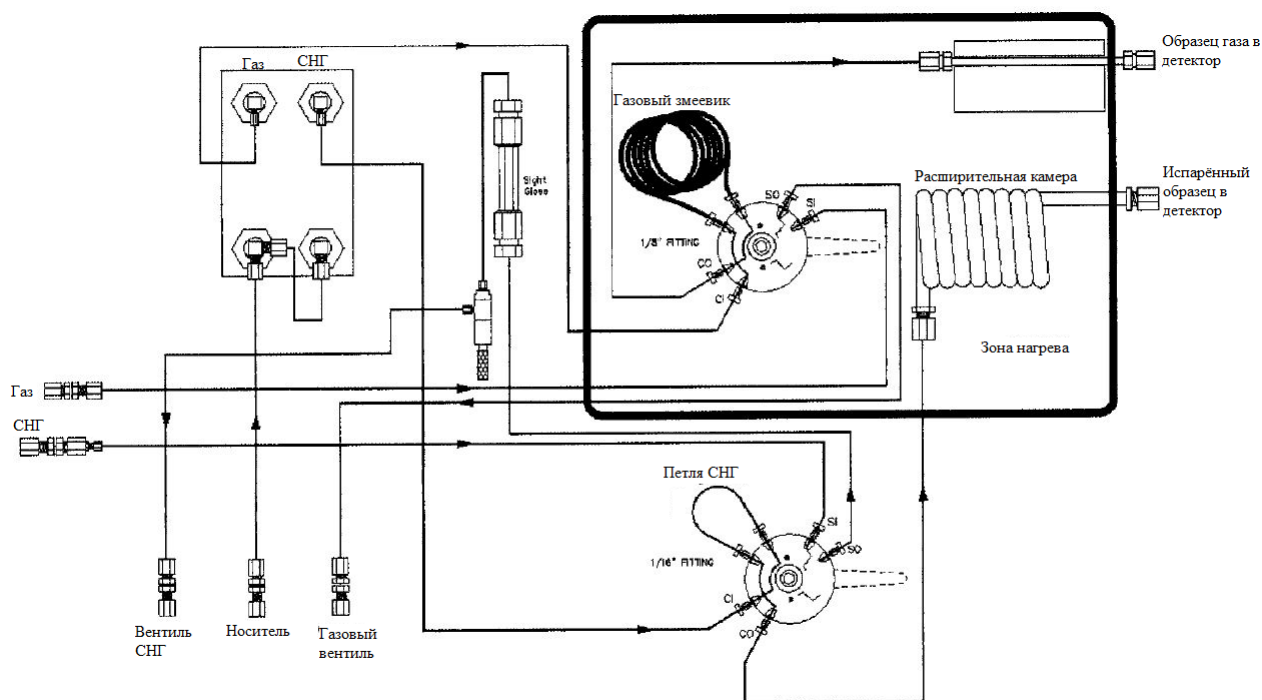


Рисунок 3 – Схема потока при вводе пробы

5.7 Ленточный самописец

Можно использовать ленточный самописец, аналогичный электронному регистратору данных, интегратор или самопишущий прибор.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Для испытаний следует использовать реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, предполагается, что все реактивы соответствуют спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, где эти спецификации можно получить. Можно использовать реактивы другой квалификации, не снижающие точность определения.

6.2 Инертный газ

Применяют аргон или гелий высокой степени чистоты (хроматографический или нулевого класса), чистотой не менее 99,998 %, влажностью не более 5 мг/кг. **(Предупреждение** – Аргон или гелий при сжатии под высоким давлением могут быть в газообразном состоянии, см. 7.1).

6.3 Кислород

Применяют кислород чистотой не менее 99,75 % (хроматографический или нулевого класса), влажностью не более 5 мг/кг, осушенный на молекулярных ситах. **(Предупреждение** – Кислород значительно ускоряет горение. Может поставляться в баллонах под высоким давлением, см. 7.1).

6.4 Калибровочные стандарты

Применяют имеющиеся в продаже сертифицированные калибровочные стандарты или калибровочные газы, приготовленные с использованием сертифицированных капиллярных трубок. В таблице 1 перечислены источники серы и растворители, используемые при межлабораторных исследованиях (см. примечания 2 и 3).

Т а б л и ц а 1 – Типовые стандартные материалы

Источник серы	Растворитель
Диметилсульфид	<i>n</i> -Бутан Изобутана Пропилен Пропан

Примечание 2 – Можно использовать другие источники серы и растворители, не снижающие прецизионность определения и достоверность результатов.

Примечание 3 – Калибровочные стандарты следует периодически обновлять и повторно сертифицировать в зависимости от частоты использования и срока хранения. Калибровочные стандарты можно хранить примерно от 6 до 12 мес.

6.5 Образцы контроля качества (QC)

Предпочтительно использовать стабильные и представительные для исследуемых проб образцы одного или нескольких газов или сжиженных углеводородных газов

7 Техника безопасности

7.1 В настоящем методе используются высокие температуры, горючие углеводороды и газы под высокими давлениями. Следует использовать контейнеры из материалов, пригодных для хранения и транспортирования проб углеводородов под высоким давлением. Следует соблюдать повышенные меры безопасности при обращении с горючими материалами рядом с окислительной печью.

8 Отбор проб

8.1 Пробы отбирают по ASTM Ф 307, ASTM Д 1265, ASTM Д 3700, ASTM Д 5287, GPA 2174 или GPA 2166. Испытания проводят как можно быстрее после отбора пробы, чтобы избежать загрязнения или потерь серы в результате воздействия окружающей среды или при контакте пробы с контейнером.

8.2 Если пробу после отбора сразу не испытывали, перед отбором образца ее тщательно перемешивают в контейнере для хранения.

Применение изолированных или специально обработанных контейнеров для хранения проб снижает перекрестное загрязнение и повышает стабильность пробы.

9 Подготовка оборудования

9.1 Собирают аппарат и проверяют его герметичность в соответствии с инструкцией изготовителя.

9.2 Стандартные условия и правила настройки аппарата приведены в таблице 2.

9.3 Регулируют чувствительность аппарата, стабильность базовой линии и выполняют процедуры обнуления в соответствии с инструкцией изготовителя.

Т а б л и ц а 2 – Стандартные условия кондиционирования

Наименование	Значение
Температура системы ввода пробы, ° С	85±20
Скорость потока газ-носителя, мл/мин	25–30
Температура в печи, ° С	1075±25
Скорость подачи кислорода в печь, мл/мин	375–450
Скорость введения кислорода, мл/мин	10–30
Скорость введения газа-носителя, мл/мин	130–160
Объем пробы в газообразном состоянии, мл	10–20
Объем пробы в жидком состоянии, мкл	15

10 Калибровка и стандартизация

10.1 Выбирают калибровочный диапазон по таблице 3 с учетом предполагаемого содержания серы в анализируемых пробах, предпочтительно с использованием соединений серы и типа растворителя, представительных для анализируемых проб (см. примечание 4). В таблице 3 приведены типовые калибровочные диапазоны, при необходимости можно использовать более узкий калибровочный диапазон, но для него прецизионность испытания не установлена. Следует убедиться, что используемые калибровочные стандарты охватывают диапазон для анализируемых проб.

Примечание 4 – Количество используемых стандартов для конкретного диапазона может быть разным.

Таблица 3 – Типовые калибровочные диапазоны

Диапазон I (содержание серы, мг/кг)	Диапазон II (содержание серы, мг/кг)
Холостая проба	Холостая проба
5,0	10,00
10,0	50,00
	100,00

10.2 Соединяют контейнер с пробой под давлением с краном-дозатором в положении введения пробы.

10.3 Определяют количество введенного материала, заполняя дозирующую петлю (см. таблицу 2, а также примечания 5 и 6).

Примечание 5 – Ведение пробы постоянного или аналогичного объема для всех материалов, анализируемых в выбранном рабочем диапазоне, обеспечивает одинаковые условия горения и может упростить вычисление результатов.

Примечание 6 – Можно использовать автоматическое устройство введения пробы.

10.3.1 Промывают дозирующую петлю достаточным объемом образца.

10.3.2 При наличии в жидкой пробе пузырьков следует промыть дозирующую петлю и еще раз полностью заполнить новой пробой.

10.4 Включают аппарат и вводят калибровочный стандарт в соответствии с инструкцией изготовителя.

10.5 Калибруют аппарат, используя одну из нижеприведенных методик.

10.5.1 Калибровка по нескольким точкам

10.5.1.1 Если используют аппарат с программой внутренней калибровки, три раза анализируют калибровочные стандарты и холостые пробы по 10.2–10.4.

10.5.1.2 Для получения достоверных значений содержания серы калибруют аппарат в соответствии с инструкцией изготовителя (см. раздел 14). Полученный график обычно представляет собой прямую линию, работу системы следует проверять не реже одного раза в день или каждый день, когда она используется (см. примечание 7).

Примечание 7 – Можно использовать другие методики построения калибровочных кривых, если при этом не снижается прецизионность определения. Частоту калибровки можно определить с помощью контрольных карт или других методик контроля качества.

10.5.2 Калибровка по одной точке

10.5.2.1 Используют калибровочный стандарт по 6.4 с содержанием серы, близким к содержанию в анализируемых пробах (не более $\pm 25\%$).

10.5.2.2 Для установки аппарата на нулевое значение проводят анализ холостой пробы без введения калибровочного стандарта в соответствии с инструкциями изготовителя.

10.5.2.3 Проводят измерение калибровочного стандарта не менее трех раз.

10.5.2.4 Вычисляют калибровочный коэффициент K по числу отсчетов на нанограмм серы (отсчеты/нг S) в соответствии с 12.2.

11 Проведение испытаний

11.1 Отбирают пробу по разделу 8. Обычно содержание серы в пробе меньше максимального и больше минимального значения для калибровочных стандартов.

11.2 Регистрируют отклик детектора для испытуемой пробы, используя одну из процедур по 10.2–10.4.

11.3 Проверяют трубку для сжигания и другие детали системы прохождения потока для подтверждения полного окисления пробы.

11.3.1 При образовании сажи или копоти уменьшают объем пробы и/или скорость введения пробы в печь.

11.4 Очистка и повторная калибровка

Очищают покрытые сажей и копотью детали в соответствии с инструкцией изготовителя. После очистки или регулировки собирают аппарат и проверяют его герметичность. Перед проведением испытаний проводят повторную калибровку аппарата.

11.5 За результат испытания пробы принимают среднеарифметическое значение трех значений отклика детектора.

11.6 Значения плотности, необходимые для вычислений определяют по АСТМ Д 1070 или эквивалентным методикам при температурах испытаний проб (см. примечание 8).

Примечание 8 – Плотность проб известного состава можно определять по другим методикам, не снижающим прецизионность измерений.

12 Вычисления

12.1 При использовании аппарата с программой внутренней калибровки вычисляют содержание серы по формуле

$$\text{Содержание серы, мг/кг} = \frac{G \times d}{s} \quad (1)$$

где G – содержание серы по 11.5, мг/мл

d – плотность стандарта, г/мл;

s – плотность пробы, г/мл.

12.2 При калибровке аппарата по одной точке калибровочный коэффициент (см. 10.5.2.4) вычисляют по следующим формулам

$$K = \frac{Ac}{Mc \times Scg} \quad (2)$$

или

$$K = \frac{Ac}{Vc \times Scv} \quad (3)$$

где Ac – интегрированное показание датчика для калибровочного стандарта, число отсчетов;

Mc – масса введенного калибровочного стандарта, мг, непосредственно измеренная или вычисленная по введенному объему и плотности

$$Mc = V \times Dc, \quad (4)$$

где Vc – объем введенного калибровочного стандарта, мкл;

Scg – содержание серы в калибровочном стандарте, мл/кг;

Scv – содержание серы в калибровочном стандарте, мг/л;

Dc – плотность калибровочного стандарта при температуре измерения, г/мл;

12.2.1 Вычисляют среднее значение калибровочного коэффициента K и проверяют, что среднеквадратическое отклонение находится в пределах принятого допуска. Калибровочный коэффициент следует вычислять ежедневно.

12.2.2 Вычисляют содержание серы S , мг/кг, по формулам

$$S = \frac{A}{M \times K \times Fg} \quad (5)$$

или

$$S = \frac{A}{M \times K \times Fv}, \quad (6)$$

где A – интегрированное показание датчика для пробы, в числе отсчетов;

M – масса введенной пробы, мг, непосредственно измеренная или вычисленная по введенному объему и плотности

$$M = V \times D, \quad (7)$$

V – объем введенной пробы, мкл;

D – плотность пробы при температуре испытания, г/мл;

K – калибровочный коэффициент, число отсчетов на нанограмм серы;

Fg – гравиметрический коэффициент разбавления, масса образца/масса образца и растворителя, г/г;

Fv – объемный коэффициент разбавления, масса образца/объем образца и растворителя, г/мл.

13 Протокол испытаний

13.1 Для значений равных или более 10 мг/кг в протоколе испытаний указывают содержание серы с точностью до 1 мг/кг. Для значений менее 10 мг/кг в

протоколе указывают содержание серы с точностью до 0,1 мг/кг. В протоколе испытаний также приводят обозначение настоящего стандарта.

14 Контроль качества

14.1 После каждой калибровки, не реже одного раза в день при использовании (см. 11.5) проверяют рабочие характеристики аппарата или процедуры испытаний, анализируя образцы QC (см. 6.5).

14.1.1 Имеющиеся протоколы QC/QA можно использовать для подтверждения надежности результатов испытаний.

14.1.2 При отсутствии таких протоколов можно использовать систему контроля качества, приведенную в приложении X1.

15 Прецизионность и смещение

15.1 Прецизионность и смещение установлены по результатам анализа межлабораторных исследований на содержание серы проб *n*-бутана, изобутана и пропан-пропиленовой смеси.^{2,6}

15.2 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных условиях эксплуатации на идентичном испытуемом материале, в течение длительного времени при правильном выполнении данного метода не должна превышать следующее значение более чем в одном случае из двадцати,

$$r = 0,1152(X), \quad (8)$$

где *X* – среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

15.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при правильном выполнении данного метода не должна превышать следующее значение более чем в одном случае из двадцати

$$R = 0,3130(X) \quad (9)$$

где *X* – среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

15.4 Смещение

Смещение для данного метода было получено по результатам межлабораторных исследований сертифицированных гравиметрически

приготовленных калибровочных стандартов и проб в 2000 г., см. отчет АСТМ. В отчете указано, что полученные результаты находятся в пределах повторяемости данного метода испытаний.

15.5 Примеры вышеуказанных оценок сходимости для выбранных абсолютных величин X приведены в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 – Повторяемость r и воспроизводимость R

Содержание (мг/кг S)	r	R
1	0,1	0,3
5	0,6	1,6
10	1,2	3,1
25	2,9	7,8
50	5,8	15,6
100	11,5	31,3

Приложения

(справочное)

X1 Мониторинг контроля качества

X1.1 Подтверждают рабочие характеристики аппарата или процедуры испытаний анализируя образцы QC.

X1.2 Перед проведением мониторинга измерений пользователю данного метода испытаний необходимо определить среднее значение и контрольные пределы пробы для контроля качества (см. ASTM Д 6299 и MNL7).

X1.3 Регистрируют результаты контроля качества и анализируют, используя контрольные карты или другие статистически эквивалентные методики, для определения статуса статистического контроля процесса испытаний (см. ASTM Д 6299 и MNL7). Исследуют статистические выбросы для определения основной причины несоответствия. По результатам данных исследований возможна повторная калибровка аппарата.

Примечание X1.1 – Частота проведения контроля качества приведена в X1.4.

X1.4 Частота проведения контроля качества зависит от значимости измеряемых параметров, требуемой стабильности процесса испытаний и требований заказчика. Обычно образец QC анализируют каждый день при испытании обычных проб. Частоту проведения контроля качества следует увеличить, если ежедневно испытывается большое количество обычных проб. Если при испытаниях получают статистически приемлемые результаты, то частоту проведения контроля качества можно снизить. Прецизионность испытаний образцов QC следует периодически проверять по ASTM Д 6299 и MNL7.

X1.5 По возможности регулярно испытуемый образец QC должен быть представительным для обычных проб. Следует иметь достаточный запас однородного и устойчивого при хранении материала для приготовления образцов QC в течение предполагаемого периода использования.

X1.6 Подробная информация о методах контроля качества и использовании контрольных карт приведена в ASTM Д 6299 и MNL7.

X2 Рекомендации по эксплуатации и вопросам безопасности

X2.1 Перед вводом пробы подготавливают аппарат для испытаний в соответствии с инструкцией изготовителя.

X2.2 Краны в системе ввода пробы обычно остаются в открытом положении, за исключением периода проведения анализа.

X2.3 После заполнения и стабилизации крана-дозатора пробу вводят, поворачивая быстро кран-дозатор в положение ввода.

X2.4 Кран-дозатор оставляют в положении ввода до завершения испытания (пока аппарат не вернется к базовой линии и не закончится интегрирование).

X2.5 Время, необходимое для получения отклика детектора зависит от типа используемой трубки для сжигания, газа-носителя, объема пробы, содержания серы. Обычно требуется от 20 с до 1 мин (см. рисунок X2.1).

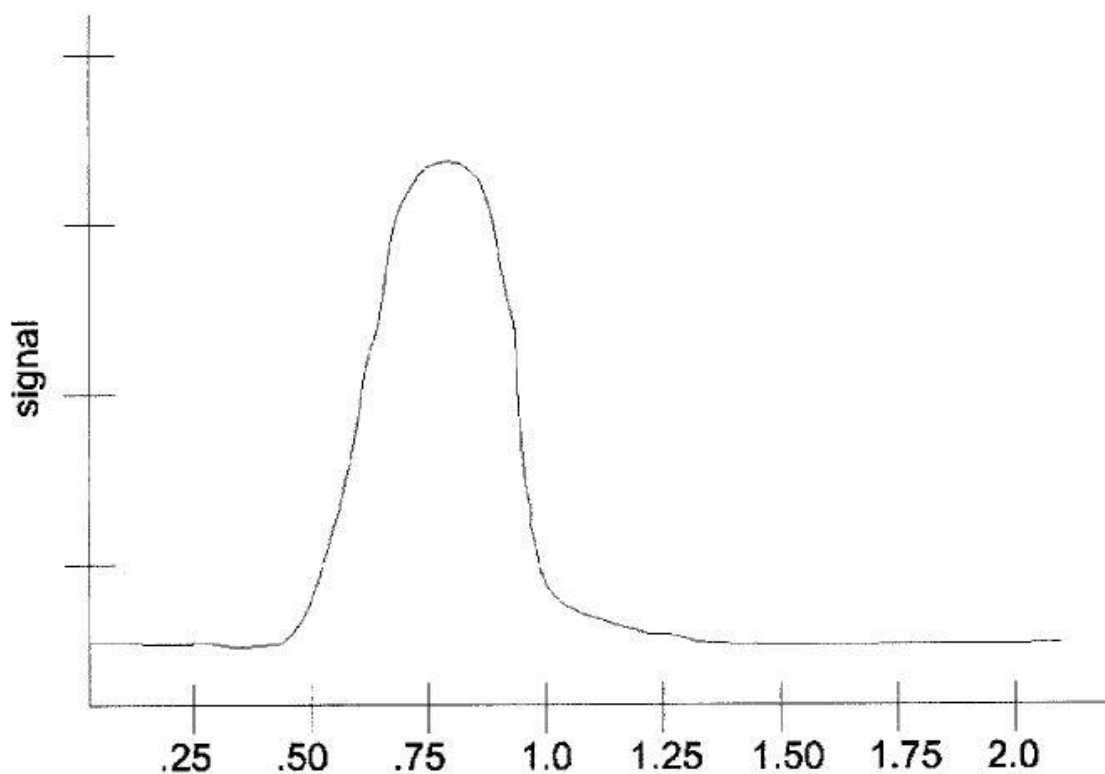


Рисунок X2.1 – Стандартный профиль ввода пробы

X2.6 Потоки газа-носителя в системе ввода пробы можно использовать для управления процессами горения пробы и работы детектора. Высокая скорость потока газа-носителя (свыше 30 мл/мин) может привести к неполному сгоранию пробы (сажеобразованию).

Х2.7 Позволяют сигналу аппарата вернуться к базовой линии перед вводом следующей пробы.

Х2.8 Для проб сжиженных углеводородных газов используют баллоны под таким давлением (обычно более 200 psig [фунтов на квадратный дюйм]), чтобы оно позволяло перемещать пробу в систему ввода без образования пузырьков в трубопроводной системе и пробирке.

Х2.9 Используют стандартные условия для газового потока (см. раздел 9 настоящего стандарта).

Х2.10 Перед вводом пробы должно использоваться фильтрующее устройство, позволяющее значительно продлить срок службы крана-дозатора и предотвратить закупорку трубопроводной системы.

Х2.11 Точность испытаний при низком содержании серы можно повысить, используя сплавы, не содержащие или с низким содержанием железа, и/или инертные материалы.

Х2.12 Использование ленточного самописца или программного обеспечения обеспечивает настройку и нормальную эксплуатацию системы ввода пробы.

Х2.13 Качественные результаты получают, если калибровочные материалы совпадают с матрицей анализируемых проб. Введение растворителей (при температуре окружающей среды) в качестве калибровочных стандартов или проб не допустимо и может вызвать очень сильное закоксовывание деталей аппарата, что приведет к недостоверным результатам анализа.

Х3 Безопасность

Х3.1 Следует постоянно проверять герметичность и качество линии ввода пробы и фитингов, используемых для соединения контейнера с системой ввода пробы.

Х3.2 Следует постоянно проверять герметичность и качество фитингов быстрого соединения и других деталей для перемещения пробы и продувки.

Х3.3 Газообразные отходы отводят из системы ввода пробы таким образом, чтобы они не контактировали с испытательным оборудованием и потенциальными источниками воспламенения.

Х3.4 Баллоны для проб должны быть под давлением не более 750 psig. Не следует превышать общее номинальное давление (900 psig) системы ввода или подачи пробы.

Х3.5 Используют слабую или среднюю скорость продувки при заполнении линий для проб при введении пробы.

Х3.6 После заполнения линии для проб давление должно стабилизироваться. Следует использовать устройства для контроля пузырьков газа, выводящее их из зоны источников воспламенения и обеспечивающее визуальное подтверждение при вводе проб постоянного объема.

Х3.7 После завершения отбора пробы рекомендуется контрольное продувание или сброс давления в линии подачи пробы.

Х3.8 После завершения анализа, когда краны-дозаторы находятся в положении ввода, для продувки остатков пробы можно использовать инертный газ, подсоединяемый к системе ввода пробы.

Приложение Д.А**(справочное)****Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным
стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве
межгосударственным стандартам)**

Таблица Д.А.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 1070–03 (2010)	—	*
АСТМ Д1265–11	—	*
АСТМ Д 3700–14	—	*
АСТМ Д 5287–08	—	*
АСТМ Д 6299 –13	—	*
АСТМ Ф 307–13	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

УДК

ОКС 75.160.20

IDT

Ключевые слова: газообразные углеводороды, сжиженные углеводородные газы, общее содержание летучей серы, метод ультрафиолетовой флуоресценции, определение

Первый заместитель директора
ФГУП «ВНИИ СМТ»

Е.И. Выбойченко

Начальник отдела 140
ФГУП «ВНИИ СМТ»

Р.С. Хартюнова