

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)  
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
34211—  
2017

---

## НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение серы сжиганием  
при высокой температуре и детектированием  
по инфракрасному (IR) излучению  
или по теплопроводности (TCD)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2019

## Предисловие

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

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2017 г. № 101-П)

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
Армения	AM	Минэкономки Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2017 г. № 1303-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34211—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 1552—16 «Стандартный метод определения серы в нефтепродуктах сжиганием при высокой температуре и детектированием по инфракрасному (IR) излучению или по теплопроводности (TCD)» [«Standard test method for sulfur in petroleum products by high temperature combustion and infrared (IR) detection or thermal conductivity detection (TCD)», IDT].

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ASTM D02 «Нефтепродукты, жидкие топлива и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за него несет Подкомитет D02.03 «Элементный анализ».

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов ASTM соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

### 6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

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

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

© Стандартиформ, оформление, 2017, 2019



В Российской Федерации 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

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Сущность метода . . . . .	2
4 Назначение и применение . . . . .	2
5 Аппаратура . . . . .	2
6 Реактивы и материалы . . . . .	2
7 Отбор проб . . . . .	3
8 Подготовка аппаратуры . . . . .	3
9 Калибровка . . . . .	3
10 Подготовка кокса . . . . .	4
11 Анализ образцов контроля качества . . . . .	4
12 Проведение испытаний . . . . .	4
13 Вычисления . . . . .	5
14 Протокол испытаний . . . . .	5
15 Контроль качества . . . . .	5
16 Прецизионность и смещение . . . . .	5
Приложение X1 (рекомендуемое) Контроль качества . . . . .	8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам . . . . .	9

## НЕФТЕПРОДУКТЫ

## Определение серы сжиганием при высокой температуре и детектированием по инфракрасному (IR) излучению или по теплопроводности (TCD)

Petroleum product. Determination of sulfur by high temperature combustion and detection by infrared (IR) radiation or thermal conductivity (TCD)

Дата введения — 2019—07—01

## 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение общего содержания серы в нефтепродуктах, включая смазочные масла, содержащие присадки, и в концентратах присадок. Настоящий стандарт распространяется на образцы с температурой кипения выше 177 °C (350 °F) с содержанием серы от 0,22 % масс. до 24,2 % масс. Настоящий стандарт можно использовать для испытания образцов с другим содержанием серы, но установленная прецизионность метода не всегда может быть применена. В настоящем стандарте после сжигания образца в печи для определения серы используют инфракрасный (IR) детектор или детектор по теплопроводности (TCD).

1.2 Настоящий стандарт можно использовать для анализа нефтяного кокса с содержанием серы от 2,53 % масс. до 3,79 % масс. Можно проводить испытания нефтяного кокса с другой концентрацией серы, но установленная прецизионность метода не всегда может быть применена.

Примечание 1 — Версия стандарта ASTM D 1552—08 (2014) предусматривала две другие процедуры определения содержания серы с использованием титрования иодатным методом. Поскольку эти процедуры больше не используют в производственных лабораториях на основании результатов исследования D02.SC 3, проведенного в сентябре 2014 г., они были исключены. Более подробную информацию об исключенных процедурах можно получить в ASTM D 1552—08 (2014).

1.3 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. Значения в скобках приведены только для информации.

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.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты ASTM<sup>1)</sup>:

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 D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения статистических методов обеспечения качества и контрольных карт для оценки работы измерительных систем)

<sup>1)</sup> Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM: [www.astm.org](http://www.astm.org) или в службе поддержки клиентов ASTM: [service@astm.org](mailto: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.

ASTM D 6300, Practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants (Практика определения прецизионности и смещения методов испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов)

ASTM D 6792, Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories (Практика по системе обеспечения качества в испытательных лабораториях нефтепродуктов и смазочных материалов)

### 3 Сущность метода

3.1 Навеску образца помещают в печь с атмосферой кислорода, достаточной для сжигания всего образца, и температурой от 1150 °С до 1450 °С для метода А или 1150 °С — для метода В. Большая часть присутствующей серы сгорает полностью до диоксида серы (SO<sub>2</sub>), который затем измеряют детектором после удаления влаги и пыли ловушками. Прибор вычисляет массовый процент серы от массы образца интегрированием сигнала детектора с использование предварительно установленного калибровочного коэффициента. Калибровочный коэффициент определяют с использованием стандартов, близких к анализируемому материалу.

#### 3.1.1 Метод А

После сжигания образца и последующего удаления влаги/пыли содержание SO<sub>2</sub> измеряют с использованием инфракрасного (ИК) детектора.

#### 3.1.2 Метод В

После сжигания образца и последующего удаления влаги/пыли содержание SO<sub>2</sub> измеряют детектором по теплопроводности (TCD). В приборе, использующем TCD, перед определением содержания SO<sub>2</sub> для удаления загрязнений может потребоваться пропускание газовой части пробы через поглотители кислорода и адсорбционные/десорбционные ловушки.

### 4 Назначение и применение

4.1 Настоящий метод обеспечивает контроль содержания серы в разных нефтепродуктах и присадках. Полученные данные можно использовать для прогнозирования эксплуатационных характеристик, условий эксплуатации или технологических свойств. В некоторых случаях наличие сернистых соединений полезно для продукта, и контроль за содержанием серы может предоставить важные данные. В других случаях присутствие сернистых соединений оказывает вредное воздействие при переработке или использовании продукта.

### 5 Аппаратура

#### 5.1 Печь для сжигания

##### 5.1.1 Метод А

Печь, обеспечивающая поддержание постоянной температуры (в диапазоне от 1150 °С до 1450 °С), достаточной для обеспечения количественного превращения серы в газообразный SO<sub>2</sub>.

##### 5.1.2 Метод В

Печь, обеспечивающая поддержание температуры (1150 °С), достаточной для количественного превращения серы в SO<sub>2</sub>.

#### 5.2 Система сжигания и детектирования серы

Система сжигания и детектирования серы, состоящая из автоматических весов, регуляторов расхода газа, осушающих трубок, очистителя кислорода, адсорбционно/десорбционных ловушек (при необходимости), печи для сжигания, лодочек для сжигания или оловянных (Sn) контейнеров при необходимости и IR (метод А) или TCD (метод В) детекторов SO<sub>2</sub>.

5.3 Сито 60 меш (с размером пор 250 мкм).

### 6 Реактивы и материалы

#### 6.1 Чистота реактивов

Следует использовать реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, предполагают, что все реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комиссии по аналитическим

реактивам Американского химического общества<sup>2)</sup>. Можно использовать реактивы другой квалификации, если заранее установлено, что реактив имеет достаточно высокую чистоту и его использование не снижает точности определения.

## 6.2 Активатор горения

Оксид магния ( $MgO$ ), триоксид вольфрама ( $WO_3$ ) или оксид алюминия ( $Al_2O_3$ ). В качестве альтернативы можно использовать COM-CAT, двойной активатор, который одновременно является фиксирующим агентом и окислителем<sup>3)</sup>.

## 6.3 Осушающий агент

Перхлорат магния (ангидрон)  $Mg(ClO_4)_2$  или пятиокись фосфора ( $P_2O_5$ ) (**Предупреждение** — Перхлорат магния требует осторожного обращения. Следует избегать его контакта с кислотой и органическими материалами. Реакция с топливом может быть бурной).

## 6.4 Кислород (особо сухой)

Чистота кислорода должна быть не менее 99,5 %, и в холостом опыте не должна обнаруживаться сера (**Предупреждение** — Кислород энергично ускоряет горение).

## 6.5 Инертный газ

Гелий или аргон высокой степени чистоты не менее 99,995 % в соответствии с рекомендациями изготовителя.

## 6.6 Образцы контроля качества (QC-образцы)

Образцы контроля качества предпочтительно должны быть представителями одного или нескольких нефтепродуктов, которые являются стабильными представителями интересующих образцов. QC-образцы можно использовать для проверки правильности процесса испытания и рабочих характеристик прибора, как указано в разделе 11.

## 7 Отбор проб

7.1 Отбирают пробы по ASTM D 4057 или ASTM D 4177.

## 8 Подготовка аппаратуры

8.1 Собирают и настраивают прибор в соответствии с инструкциями изготовителя. Включают прибор, проверяют источники питания, устанавливают давление, расход газа и температуру печи.

8.1.1 Устанавливают требуемый режим прибора с использованием образцов, которые являются представительными или типичными для образцов, подлежащих анализу. В межлабораторном исследовании лаборатории анализировали от одного до пяти образцов для установления требуемого режима прибора.

8.1.2 Выполняют калибровку автоматических весов в соответствии с инструкциями изготовителя.

## 9 Калибровка

### 9.1 Определение калибровочного коэффициента

9.1.1 Поскольку такие факторы, как летучесть образца, также могут влиять на относительное превращение общей серы, первоначально присутствующей в образце, в  $SO_2$ , необходимо определить

<sup>2)</sup> «Спецификации на реактивы химических веществ Американского химического общества», Американское химическое общество, Washington, DC. Необходимые данные по испытанию реактивов, не включенных в спецификации Американского химического общества, можно получить в ежегодном сборнике стандартов по лабораторным химическим реактивам, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. и в фармакопее Соединенных Штатов, U.S. Pharmacopoeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

<sup>3)</sup> Единственным поставщиком COM-CAT, известным комитету в настоящее время, является LECO Corporation, 3000 Lakeview Ave. St. Joseph, MI 49085 USA.

калибровочный коэффициент. Выполняют процедуры по разделам 9—12 с использованием образца нефтепродукта с точно известным содержанием серы, аналогичного неизвестному образцу<sup>4)</sup>.

9.1.2 Определяют калибровочный коэффициент для конкретного типа анализируемого образца (смазочное масло, нефтяной кокс, остаточное топливо) в соответствии с рекомендациями изготовителя.

## 9.2 Контроль качества

Проводят анализ подходящего образца контроля качества несколько раз в день. Когда наблюдаемое значение находится в допустимых пределах на карте контроля качества, приступают к испытанию проб.

## 10 Подготовка кокса

10.1 Считают, что для анализа получена представительная проба. Если образец полученного кокса влажный, перед измельчением пробу следует высушить.

10.2 Измельчают полученную пробу и просеивают через сито с размером пор 250 мкм (60 меш) для получения порошка.

10.3 Сушат просеянный порошок при температуре 105 °С — 110 °С до постоянной массы.

## 11 Анализ образцов контроля качества

11.1 Образец контроля качества (QC-образец) анализируют каждый день при анализе образцов для проверки процедуры испытаний и рабочих характеристик прибора. Можно анализировать дополнительные образцы QC. Используют образцы QC, как указано в разделе 12, в зависимости от типа печи, применяемой в лаборатории.

11.2 При наличии утвержденных протоколов контроля качества в испытательной лаборатории их можно использовать для подтверждения достоверности результатов испытаний.

11.3 При отсутствии в испытательной лаборатории утвержденных протоколов QC/QA (контроля качества/обеспечения качества) можно использовать в качестве системы QC/QA приложение X1.

## 12 Проведение испытаний

### 12.1 Метод А — сжигание и детектирование в инфракрасной (IR) области

12.1.1 Прогревают систему и обеспечивают достижение рабочей температуры печи 1150 °С — 1450 °С в соответствии с рекомендациями изготовителя.

12.1.2 Тщательно перемешивают испытуемый образец для обеспечения однородности. Выбирают количество испытуемого образца, рекомендованное изготовителем прибора. Например, для анализа берут до 0,13 г жидкого образца и до 0,4 г твердого образца.

12.1.3 Определяют и сохраняют значение холостого опыта для системы.

12.1.4 Взвешивают твердый образец в лодочке для сжигания или контейнере, записывают массу образца. Взвешивание жидких проб проводят по 12.1.4.1—12.1.4.4.

12.1.4.1 Следуют рекомендациям изготовителя прибора; добавляют активатор горения (при его использовании) в лодочку для сжигания или контейнер, используя ложечку или шпатель. Заполняют лодочку для сжигания на 1/3 порошком MgO и выравнивают поверхность.

12.1.4.2 Помещают лодочку или контейнер на весы и взвешивают.

12.1.4.3 Взвешивают соответствующее количество образца на активаторе горения. Записывают и вводят массу образца. При использовании контейнера для сжигания его закрывают перед взвешиванием образца.

12.1.4.4 Удаляют лодочку для сжигания или контейнер с весов. Дополнительно добавляют активатор горения в открытую лодочку для сжигания после взвешивания, если это рекомендовано руководством изготовителя.

12.1.5 Начинают подачу газа и помещают лодочку с образцом в печь.

12.1.6 После завершения анализа считывают результат с прибора.

<sup>4)</sup> Стандартные образцы остаточных нефтяных топлив можно получить в Национальном институте стандартов и технологий (NIST) или от других источников.



12.1.7 Готовят печь и прибор к следующему испытанию в соответствии с рекомендацией изготовителя. Удаляют использованную лодочку из печи, если ее используют в следующем испытании.

12.1.8 Выполняют второе определение и записывают среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

### 12.2 Метод В — сжигание с детектированием по теплопроводности (TCD)

12.2.1 Прогревают систему и доводят температуру печи до рабочей температуры 1150 °С в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

12.2.2 Тщательно перемешивают испытуемый образец для обеспечения однородности. Выбирают соответствующее количество испытуемого образца, рекомендованное изготовителем прибора. Например, для анализа жидких образцов — до 0,13 г, твердых — до 0,4 г.

12.2.3 Определяют и сохраняют в системе значение холостого определения.

12.2.4 Взвешивают твердые образцы в контейнерах для сжигания и регистрируют их массу. Пробы жидкости взвешивают по 12.2.4.1—12.2.4.3.

12.2.4.1 Добавляют активатор горения (при использовании) в контейнер для сжигания, используя ложку или шпатель.

12.2.4.2 Еще раз взвешивают контейнер.

12.2.4.3 Взвешивают соответствующее количество образца на активаторе горения. Закрывают оловянный контейнер для сжигания перед взвешиванием образца. Записывают и вводят в прибор массу образца.

12.2.5 Начинают подачу газа и помещают образец в печь.

12.2.6 После завершения анализа снимают показание прибора.

12.2.7 Готовят печь и прибор для следующего испытания в соответствии с рекомендацией изготовителя.

12.2.8 Выполняют второе определение и вычисляют среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

12.3 При возникновении разногласий в оценке качества выполняют испытание по методу А, который является арбитражным.

## 13 Вычисления

13.1 Регистрируют результаты, полученные с использованием микропроцессора.

13.2 Регистрируют среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

## 14 Протокол испытаний

14.1 Результаты испытаний при содержании серы от 0,05 % масс. до 5,00 % масс. записывают с точностью до 0,01 % масс., при содержании серы от 5 % масс. до 30 % масс. — с точностью до 0,1 % масс.

14.2 Записывают примененный метод (А или В).

## 15 Контроль качества

15.1 Подтверждают правильность выполнения процедуры испытаний проведением анализа образца контроля качества, который является стабильным и типичным для анализируемого образца.

15.1.1 При наличии в испытательной лаборатории утвержденных протоколов контроля качества/обеспечения качества их можно использовать для подтверждения достоверности результатов испытаний.

15.1.2 При отсутствии в испытательной лаборатории утвержденных протоколов контроля качества/обеспечения качества можно использовать приложение Х1.

## 16 Прецизионность и смещение<sup>5)</sup>

16.1 Для нефтепродуктов и кокса с использованием инфракрасного детектирования (метод А) каждый результат испытаний представляет собой среднеарифметическое значение двух определений содержания серы (см. раздел 12).

<sup>5)</sup> Подтверждающие данные могут быть получены в ASTM International Headquarters при запросе исследовательского отчета RR:D02-1838. Результаты исследований 1985 г. приведены в отчете RR:D02-1231. В исследовательском отчете RR:D02-1838 приведены результаты исследований восьми образцов в 10 лабораториях; семь лабораторий использовали IR-детектор и три лаборатории — детектор по теплопроводности. Содержание серы в образце было от 0,22 % масс. до 24,20 % масс. для нефтепродуктов и от 2,53 % масс. до 3,79 % масс. — в коксе.

**16.1.1 Повторяемость  $r$  (массовая доля серы в процентах)**

Расхождение результатов двух испытаний, полученных одним и тем же оператором на одном и том же аппарате при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати

$$r = 0,04986 \cdot X^{0,8267}, \quad (1)$$

где  $X$  — среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

**16.1.2 Воспроизводимость  $R$  (массовая доля серы в процентах)**

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати

$$R = 0,1737 \cdot X^{0,8267}, \quad (2)$$

где  $X$  — среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

16.1.3 В таблице 1 приведены примеры вычисленных значений прецизионности для метода А.

Таблица 1 — Примеры вычисленных значений прецизионности для нефтепродуктов и кокса (метод А)

Нефтепродукты			Нефтяной кокс		
Содержание серы, % масс.	Повторяемость $r$	Воспроизводимость $R$	Содержание серы, % масс.	Повторяемость $r$	Воспроизводимость $R$
0,25	0,02	0,06	2,55	0,11	0,38
1,00	0,05	0,17	2,75	0,12	0,40
5,00	0,19	0,66	3,00	0,12	0,43
10,0	0,3	1,2	3,25	0,13	0,46
15,0	0,5	1,6	3,50	0,14	0,49
20,0	0,6	2,1	3,75	0,15	0,52

16.2 Для нефтепродуктов и кокса с детектированием по теплопроводности (метод В) каждый результат испытаний представляет собой среднеарифметическое значение результатов двух определенных содержания серы (см. раздел 12).

16.2.1 Прецизионность метода определена статистическим исследованием результатов межлабораторных исследований (ILS). После обработки результатов по ASTM D 6300 было установлено, что количество лабораторий (три) и число степеней свободы были недостаточными для вычисления воспроизводимости метода В. Новые круговые испытания для установления прецизионности метода в полном объеме планируется провести не позднее 2021 г.

**16.2.2 Повторяемость  $r$  (массовая доля серы в процентах)**

Расхождение результатов испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати

$$r = 0,1 \cdot X^{0,8}, \quad (3)$$

где  $X$  — среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

**16.2.3 Воспроизводимость  $R$** 

Воспроизводимость для метода В не установлена. Для установления прецизионности в полном объеме (см. 16.2.1) будут проведены новые межлабораторные исследования (ILS).

16.2.4 Примеры вычисления повторяемости для метода В приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Примеры вычисленных значений повторяемости для нефтепродуктов и кокса (метод В)

Нефтепродукты		Нефтяной кокс	
Содержание серы, % масс.	Повторяемость $r$	Содержание серы, % масс.	Повторяемость $r$
0,25	0,03	2,55	0,21
1,00	0,10	2,75	0,22
5,00	0,36	3,00	0,24
10,0	0,6	3,25	0,26
15,0	0,9	3,50	0,27
20,0	1,1	3,75	0,29

16.3 Смещение метода А и метода В не определено, т. к. сравнительное исследование не проводилось.

**Приложение X1  
(рекомендуемое)****Контроль качества**

X1.1 Подтверждают рабочие характеристики прибора или процедуры испытания анализом образца контроля качества QC.

X1.2 Перед началом выполнения контроля процесса измерений пользователь метода должен определить среднее значение и контрольные пределы для образца контроля качества QC (см. ASTM D 6299, ASTM D 6792 и ASTM MNL 7<sup>6)</sup>).

X1.3 Записывают результаты испытаний образца QC и анализируют с использованием контрольных карт или других статистически эквивалентных методов для определения состояния статистического контроля полного процесса испытания (см. ASTM D 6299, ASTM D 6792 и ASTM MNL 7). Любые выпадающие результаты должны приводить к выяснению причин их получения. Результаты этого исследования могут, но не обязательно, приводить к необходимости повторной калибровки прибора.

X1.4 При отсутствии четких требований к методу испытаний частота анализа образца контроля качества QC зависит от критичности измеряемой характеристики, продемонстрированной стабильности процедуры испытания и требований заказчика. Как правило, образец QC анализируют каждый день при проведении рутинных испытаний. Частота анализа образца QC должна быть увеличена, если регулярно анализируют большое количество образцов. Однако, если установлено, что испытание находится под статистическим контролем, частоту испытания образца QC можно уменьшить. Прецизионность испытаний для образца QC должна соответствовать прецизионности настоящего метода.

X1.5 Рекомендуется, чтобы по возможности тип образца QC, который регулярно испытывают, был представительным образцом для регулярно анализируемых веществ. Должен быть обеспечен достаточный запас образца QC, однородного и стабильного в предполагаемых условиях хранения, в течение запланированного периода использования.

X1.6 Подробное руководство по контролю качества и применению контрольных карт приведено в ASTM D 6299, ASTM D 6792 и ASTM MNL 7.

---

<sup>6)</sup> ASTM MNL 7 «Руководство по представлению данных анализа с использованием контрольных карт». Шестое издание, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

**Приложение ДА**  
**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4177	—	*
ASTM D 6299	—	*
ASTM D 6300	—	*
ASTM D 6792	—	*
<p>* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM.</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентный стандарт.</p>		

Ключевые слова: нефтепродукты, определение серы, сжигание при высокой температуре, детектирование по инфракрасному (IR) излучению или по теплопроводности (TCD)

---

Редактор *О.В. Рябиничева*  
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*  
Корректор *Е.Р. Ароян*  
Компьютерная верстка *С.В. Сухарева*

Сдано в набор 20.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.  
[www.jurisizdat.ru](http://www.jurisizdat.ru) [y-book@mail.ru](mailto:y-book@mail.ru)

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»  
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,  
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)