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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 3405— 2022

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение фракционного состава при атмосферном давлении

(ISO 3405:2019, Petroleum and related products from natural or synthetic sources — Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

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 Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2022 г. № 153-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 октября 2022 г. № 1104-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3405—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3405:2019 «Нефть и нефтепродукты из природных и синтетических источников. Определение фракционного состава при атмосферном давлении» («Petroleum and related products from natural or synthetic sources — Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure», IDT).

Стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 28 «Нефтепродукты и родственные продукты, топлива и смазочные материалы из природных или синтетических источников» Международной организации по стандартизации (ISO).

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

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

Дополнительные сноски в тексте стандарта, выделенные курсивом, приведены для пояснения текста оригинала.

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 3405—2013

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»

© ISO, 2019
© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 3
5 Аппаратура 3
6 Пробы и отбор проб 9
7 Подготовка аппаратуры 11
8 Проверка аппаратуры 13
9 Проведение испытания с использованием ручного аппарата 13
10 Проведение испытания с использованием автоматического аппарата 16
11 Обработка результатов 18
12 Оформление результатов 20
13 Прецизионность метода при использовании ручного аппарата 20
14 Прецизионность метода при использовании автоматического аппарата 22
15 Протокол испытаний 24
Приложение А (обязательное) Требования к термометрам 25
Приложение В (обязательное) Определение времени запаздывания температурного датчика 26
Приложение С (обязательное) Определение заданных показателей фракционного состава 27
Приложение D (справочное) Примеры вычисления результатов испытания 29
Приложение Е (справочное) Введение поправки на выступающий столбик 31
Приложение F (справочное) Примеры протоколов испытаний 32
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 34
Библиография 35

Поправка к ГОСТ ISO 3405—2022 Нефтепродукты. Определения фракционного состава при атмосферном давлении

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 9 2023 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение фракционного состава при атмосферном давлении

Petroleum products. Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure

Дата введения — 2023—07—01

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих мер по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет возможности применения законодательных ограничений перед его применением.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает лабораторный метод определения фракционного состава легких и средних дистиллятов, полученных из нефти или родственных продуктов синтетического или природного происхождения, с температурой начала кипения выше 0 °С и температурой конца кипения ниже 400 °С с использованием ручного или автоматического оборудования. К легким дистиллятам относятся автомобильные бензины, автомобильные бензины с содержанием этанола до 85 % об. и авиационные бензины, к средним дистиллятам — топливо для реактивных двигателей, керосин, дизельное топливо, дизельное топливо с содержанием FAME (метиловых эфиров жирных кислот) до 30 % об., топочный мазут и судовые топлива, не содержащие значительного количества остаточных компонентов.

Примечание — В настоящем стандарте для обозначения объемной доли отогнанного продукта используется «% об.».

Безопасность и эксплуатационные свойства углеводородов и родственных продуктов синтетического или природного происхождения, особенно топлив и растворителей, в значительной степени зависят от фракционного состава (летучести). Интервал выкипания характеризует состав нефтепродукта и позволяет прогнозировать его поведение при хранении и использовании, а скорость испарения является важным фактором при применении многих растворителей. Большинство нормативных документов на дистиллятные нефтепродукты включает интервал выкипания нефтепродуктов для оценки практического применения нефтепродукта и контроля испаряемости, приводящей к образованию взрывоопасных смесей с воздухом или выбросов летучих органических соединений (VOC) в атмосферу.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 918, Volatile organic liquids for industrial use — Determination of distillation characteristics (Жидкости органические летучие технические. Определение фракционного состава)

ISO 3170, Petroleum liquids — Manual sampling (Нефтяные жидкости. Ручной отбор проб)

ISO 3171, Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling (Нефтяные жидкости. Автоматический отбор проб из трубопровода)

Издание официальное

ISO 4788, Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders (Лабораторная стеклянная посуда. Градуированные мерные цилиндры)

3 Термины и определения

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- платформа интернет-поиска ISO: доступная по адресу gost.e-ecolog.ru ;
- IEC Electropedia: доступная по адресу gost.e-ecolog.ru .

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **температура разложения** (decomposition point): Показание термометра (скорректированное), при котором наблюдаются первые признаки термического разложения жидкости в колбе.

Примечание — Характерными признаками термического разложения являются образование дыма и снижение показания термометра при регулировании температуры нагревания.

3.2 **температура выпаривания** (dry point): Показание термометра (скорректированное), наблюдаемое в момент, когда последняя капля жидкости испаряется со дна колбы. Любые капли или пленка жидкости на стенке колбы или на термометре не учитывают.

Примечание — Термин «температура конца кипения» более предпочтителен, чем термин «температура выпаривания». Температуру выпаривания можно использовать в специальных случаях, например при испытании растворителей, применяемых в лакокрасочной промышленности. Термин «температура конца кипения» применяют вместо термина «температура выпаривания» для образцов, прецизионность определения температуры конца кипения которых постоянно не соответствует требованиям, приведенным в разделе 13 или 14.

3.3 **температура конца кипения;** FBP (end-point, final boiling point): Максимальное значение показания термометра (скорректированное), полученное при проведении испытания.

Примечание — Это обычно происходит после выпаривания всей жидкости со дна колбы.

3.4 **температура начала кипения;** IBP (initial boiling point): Показание термометра (скорректированное) в момент, когда первая капля конденсата падает с нижнего конца трубки холодильника.

3.5 **процент выпаривания** (percent evaporated): Сумма процента отогнанного продукта и процента потерь.

3.6 **процент потерь** (percent loss): Вычисленное количество несконденсированного вещества.

Примечание — Иногда называют «начальными потерями»; количество несконденсированного вещества, потерянного на начальной стадии перегонки.

3.7 **скорректированные потери** (corrected loss): Процент потерь, скорректированный на атмосферное давление.

3.8 **процент отогнанного продукта** (percent recovered): Объем конденсата в приемном цилиндре на любой стадии перегонки, выраженный в процентах от объема испытуемого образца, при конкретном значении температуры.

3.9 **процент отгона** (выход) (percent recovery): Максимальный процент отогнанного продукта, определяемый в соответствии с 9.10 или 10.10.

3.10 **процент остатка после перегонки** (percent residue): Объем остатка после перегонки, измеренный в соответствии с 9.11 или 10.11, выраженный в процентах от объема испытуемого образца.

3.11 **общий процент отгона** (percent total recovery): Сумма процента отгона и процента остатка после перегонки в колбе, определяемые в соответствии с 11.1.

3.12 **показание термометра** (thermometer reading): Температура насыщенного пара, зарегистрированная в горлышке колбы ниже парооотводной трубки в условиях настоящего метода испытания.

3.13 **значение температуры** (temperature reading): Показание термометра или устройства для измерения температуры (3.12), скорректированное на давление 101,3 кПа.

3.14 **эффект выступающего столбика** (emergent stem effect): Поправка на значение температуры, обусловленное использованием термометра, калиброванного на полное погружение, в режиме частичного погружения.

Примечание — Выступающая часть столбика ртутного термометра находится при более низкой температуре, чем погруженная часть, что приводит к более низкому значению температуры по сравнению со значением, получаемым при полном погружении термометра во время калибровки.

3.15 **температурное запаздывание** (temperature lag): Расхождение между показаниями температуры стеклянного ртутного термометра и электронного устройства измерения температуры, вызванное разным временем отклика применяемых систем.

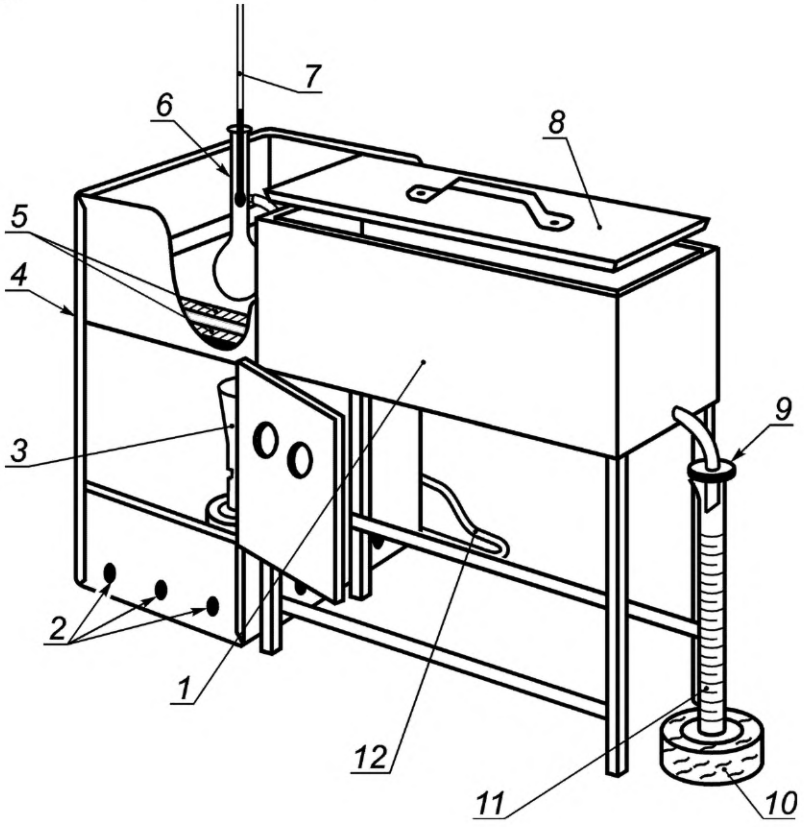
4 Сущность метода

В зависимости от состава и ожидаемых характеристик испаряемости пробу относят к одной из четырех групп. Для каждой группы характерны свое оборудование, температура холодильника и условия проведения испытания. При определенных условиях, соответствующих конкретной группе продукта, перегоняют 100 см^3 образца и систематически регистрируют показания термометра и объем конденсата. Измеряют объем остатка в колбе после перегонки и регистрируют процент потерь при перегонке. Корректируют показания термометра на барометрическое давление и используют результаты при вычислениях в зависимости от группы образца и требований спецификации на продукцию.

5 Аппаратура

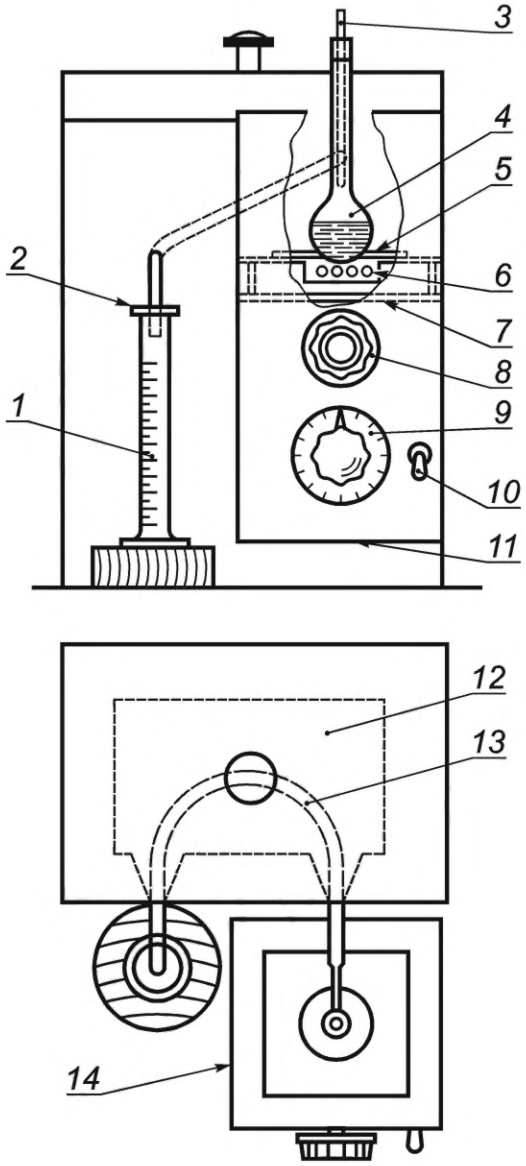
5.1 Общие требования

На рисунках 1 и 2 приведены типовые ручные аппараты. Автоматический аппарат в дополнение к основным компонентам, приведенным в настоящем разделе, оснащен системой измерения и автоматической записи значений температуры пара и соответствующего объема отогнанного продукта в приемном цилиндре.



1 — охлаждающая баня; *2* — вентиляционные отверстия; *3* — газовая горелка; *4* — защитный экран; *5* — термостойкие прокладки для установки колбы; *6* — перегонная колба; *7* — термометр; *8* — крышка бани; *9* — фильтровальная бумага; *10* — подставка под приемный цилиндр; *11* — приемный цилиндр; *12* — газопровод

Рисунок 1 — Аппарат в сборе с газовой горелкой



1 — приемный цилиндр; *2* — фильтровальная бумага; *3* — термометр; *4* — перегонная колба; *5* — термостойкая прокладка для установки колбы; *6* — электрический нагревательный элемент; *7* — платформа для установки колбы; *8* — круглая ручка для установки положения колбы по вертикали; *9* — шкала регулирования нагрева; *10* — выключатель; *11* — открытый снизу защитный экран; *12* — охлаждающая баня; *13* — трубка холодильника; *14* — кожух

Рисунок 2 — Аппарат в сборе с электрическим нагревателем

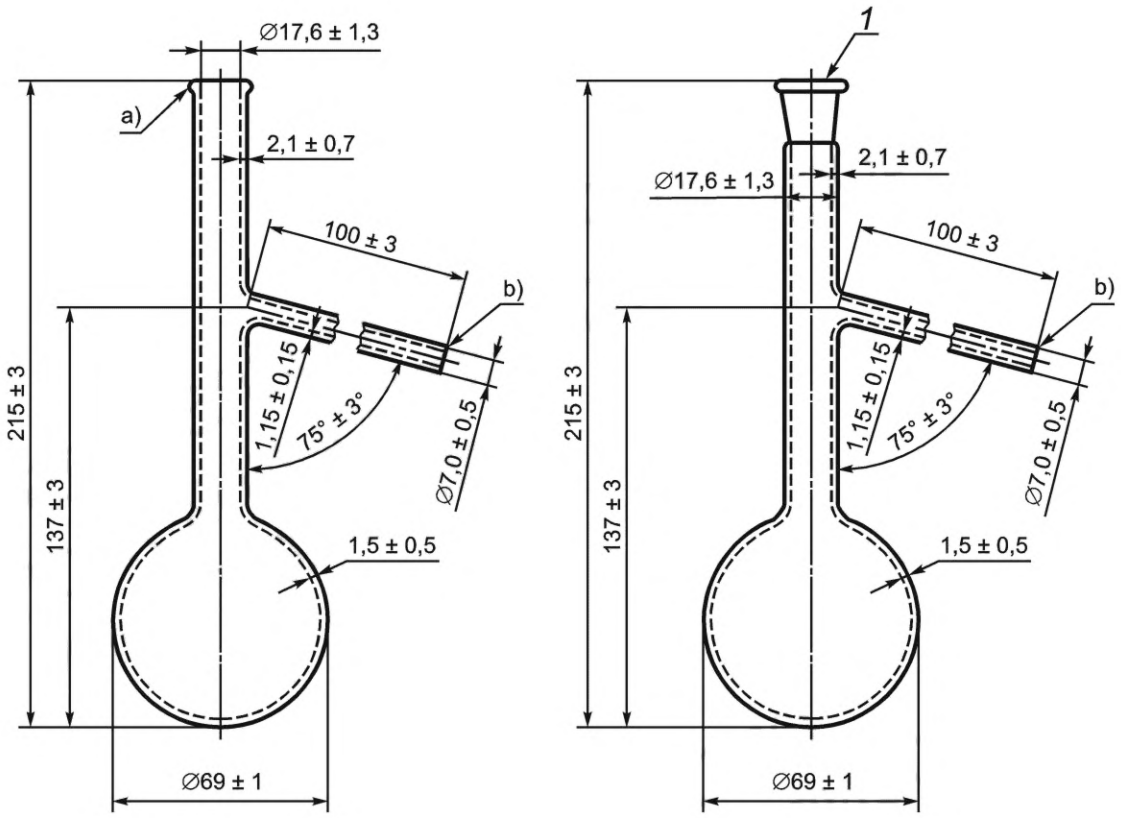
Автоматические аппараты, выпущенные после 1999 г., должны быть оборудованы устройством автоматического выключения питания и устройством распыления инертных газов или паров в камере с установленной перегонной колбой в случае пожара.

Примечание — Причинами пожара могут быть повреждение перегонной колбы, короткое замыкание, вспенивание и выброс жидкого образца через горловину колбы.

5.2 Перегонные колбы

Перегонные колбы вместимостью 125 $см^3$ из термостойкого стекла с размерами и допусками, приведенными на рисунке 3.

Для определения температуры выпаривания следует использовать колбы, дно и стенки которых имеют одинаковую толщину.



a) Усиливающий бортик.
b) Оплавленный край.

1 — конус 19/22 или 19/26

Рисунок 3 — Колбы вместимостью 125 см^3. Альтернативные конструкции горловины

5.3 Трубка холодильника и охлаждающая баня

5.3.1 На рисунках 1 и 2 приведены типичные холодильники и охлаждающие бани.

Можно использовать другую аппаратуру при условии получения результатов, коррелирующих с полученными на приведенной выше аппаратуре и соответствующих показателям прецизионности, указанным в разделах 13 или 14.

5.3.2 Холодильник должен быть изготовлен из бесшовной трубки не корродирующего металла длиной (560 ± 5) мм, наружным диаметром 14 мм и толщиной стенок 0,8—0,9 мм.

Примечание — Для изготовления холодильника можно использовать латунь или нержавеющую сталь.

5.3.3 Холодильник устанавливают таким образом, чтобы часть трубки длиной (393 ± 3) мм контактировала с охлаждающей средой, при этом верхний конец длиной (50 ± 3) мм и нижний конец длиной (114 ± 3) мм должны выступать из бани. Часть трубки, выступающую сверху, устанавливают под углом (75 ± 3)°. Часть трубки внутри бани должна быть прямой или изогнутой по любой подходящей непрерывной плавной кривой. Средний градиент наклона трубки должен составлять (15 ± 1)° относительно горизонтали, ни один из отрезков длиной 100 мм не должен выходить за пределы градиента (15 ± 3)°. Выступающая нижняя часть трубки холодильника длиной 76 мм должна быть изогнута вниз, нижний кончик должен быть срезан под острым углом. Дистиллят должен стекать по внутренней стенке приемного цилиндра. На рисунке 4 приведен нижний конец трубки холодильника.

Стекание дистиллята по внутренней стенке приемного цилиндра осуществляется с использованием конденсатной ловушки, вставленной в приемник, или по слегка изогнутой назад нижней части трубки холодильника, касающейся стенки приемного цилиндра в точке, находящейся на 25—32 мм ниже верхней части цилиндра, когда он находится в положении для приема дистиллята.

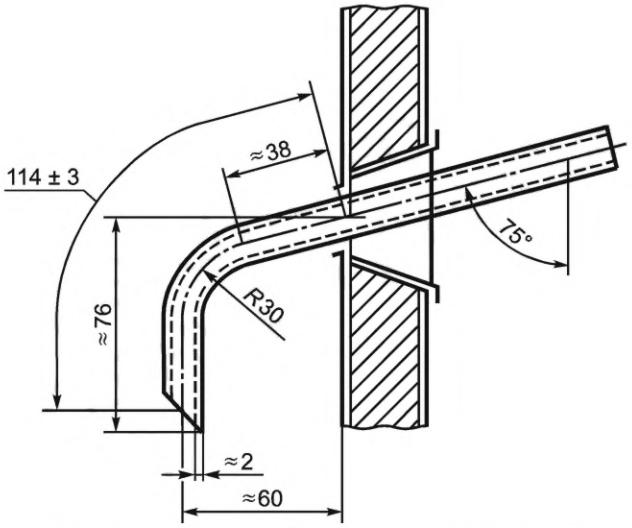


Рисунок 4 — Нижний конец трубки холодильника

5.3.4 Объем и конструкция охлаждающей бани зависят от используемой охлаждающей среды. Охлаждающая баня должна обеспечивать поддержание заданной температуры холодильника. Одну охлаждающую баню можно использовать для нескольких трубок холодильника.

5.4 Металлический защитный экран для колбы (только для ручного аппарата)

Экран должен обеспечивать защиту оператора во время проведения испытания и перегонной колбы от сквозняков. Он должен обеспечивать легкий доступ к аппарату при перегонке и иметь смотровое окошко для наблюдения за температурой выпаривания.

Примечание 1 — Типичный экран из листового металла толщиной приблизительно 0,8 мм для установки с газовой горелкой должен иметь высоту 480 мм, длину 280 мм, ширину 200 мм (см. рисунок 1).

Примечание 2 — Типичный экран из листового металла толщиной приблизительно 0,8 мм для установки с электронагревателем должен иметь высоту 440 мм, длину 200 мм, ширину 200 мм (см. рисунок 2).

5.5 Источник нагрева

5.5.1 Газовая горелка (см. рисунок 1), обеспечивающая получение первой капли с момента нагревания в течение установленного времени и продолжение перегонки с установленной скоростью. Для обеспечения контроля нагревания следует предусмотреть чувствительный регулировочный кран и регулятор давления газа.

5.5.2 Электрический нагреватель (см. рисунок 2) с высоким коэффициентом теплоотдачи и регулируемой мощностью в диапазоне от 0 до 1000 Вт.

5.6 Опора для колбы

5.6.1 Опора типа 1 для применения с газовой горелкой (см. рисунок 1)

В качестве опоры для колбы используют лабораторную кольцевую прокладку (далее — прокладка) диаметром не менее 100 мм, фиксируемую на стойке за защитным экраном или размещаемую на платформе, регулируемой снаружи экрана.

Прокладка из керамики или другого жаростойкого материала толщиной от 3 до 6 мм должна иметь отверстие в центре, соответствующее размерам, приведенным в таблице 2. Размеры прокладки должны обеспечивать нагревание только через центральное отверстие, другой нагрев должен быть минимальным. Прокладку можно слегка перемещать в соответствии с указаниями по установке перегонной колбы для обеспечения подачи тепла к колбе только через отверстие в прокладке. Положение колбы на прокладке фиксируют, регулируя длину пароотводной трубки колбы, вставленной в холодильник.

5.6.2 Опора типа 2 для применения с электрическим нагревателем (см. рисунок 2)

Опора для колбы представляет собой платформу, установленную над электрическим нагревателем, регулируемую снаружи экрана. На платформу устанавливают прокладку по 5.6.1. Для обеспечения нагревания колбы только через отверстие в прокладке необходимо предусмотреть возможность

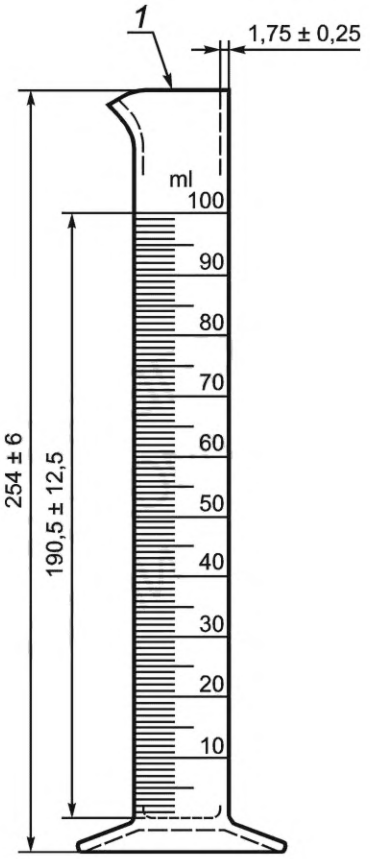
свободного перемещения верхней прокладки в горизонтальной плоскости. Платформа с прокладками должна перемещаться в вертикальном направлении для обеспечения касания прокладки дна колбы во время перегонки и легкой сборки и разборки аппарата.

5.7 Приемные цилиндры*

5.7.1 Приемный цилиндр вместимостью (100 ± 1) см^3 по ISO 4788, с ценой деления 1 см^3 и градуировкой, начинающейся с отметки не более 5 см^3, и отметкой 100 см^3. Основание должно обеспечивать устойчивость пустого приемного цилиндра при установке на поверхности под углом 13° к горизонтали. Детали конструкции и предельные отклонения размеров приемного цилиндра приведены на рисунке 5.

Для автоматического аппарата приемный цилиндр должен иметь отметку 100 см^3. Приемные цилиндры для автоматических аппаратов могут иметь металлическое основание.

При необходимости приемный цилиндр погружают в баню с охлаждающей жидкостью, например в высокий стакан из прозрачного стекла или пластика, таким образом, чтобы ее уровень был выше отметки 100 см^3, или в термостат с принудительной циркуляцией воздуха.



1 — оплавленный край

Рисунок 5 — Приемный цилиндр вместимостью (100 ± 1) см^3

5.7.2 Цилиндр вместимостью 5 см^3 по ISO 4788 для остатка после перегонки.

5.8 Система измерения температуры

5.8.1 Стеклянные ртутные термометры, заполненные азотом, с градуировкой на стержне с эмалью на обратной стороне, соответствующие требованиям, приведенным в приложении А.

Предупреждение — При определенных условиях испытания температура шарика термометра может быть на 28 °С выше наблюдаемой температуры. При температуре 370 °С температура шарика

* *Допускается использовать приемные цилиндры, отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.*

достигает критической температуры для стекла. Поэтому рекомендуется избегать температуры перегонки свыше 370 °С. Если термометр нагревался выше 370 °С, перед следующим использованием необходимо проверить калибровку по температуре замерзания воды.

5.8.2 Электронное устройство измерения температуры, имеющее такое же запаздывание температуры, влияние выступающего столбика термометра и точность, как равноценный стеклянный ртутный термометр.

Электрическая схема и/или алгоритмы используемой электронной системы должны моделировать запаздывание температуры стеклянного ртутного термометра.

В качестве альтернативы защищают кончик (щуп) электронного устройства измерения температуры кожухом таким образом, чтобы в сборке, благодаря измененной теплоемкости и теплопроводности, оно имело запаздывание температуры, аналогичное стеклянным ртутным термометрам.

При разногласиях, если иное не согласовано между сторонами, выполняют контрольное испытание с использованием стеклянных ртутных термометров.

В приложении В приведен способ определения расхождения по времени запаздывания между электронным устройством измерения температуры и стеклянным ртутным термометром.

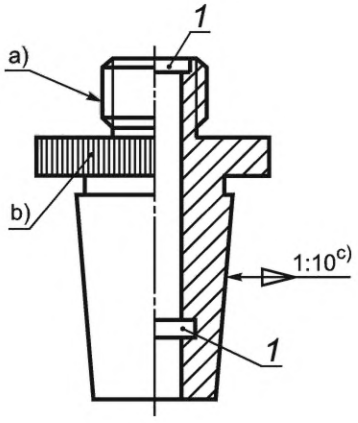
Примечание — Определение расхождения по времени запаздывания больше предназначено для изготовителей аппаратуры.

5.9 Центрирующее приспособление

Датчик температуры устанавливают в плотно подогнанном устройстве, конструкция которого позволяет механически центрировать датчик в горловине перегонной колбы, не допуская утечки паров. При этом не применяют корковую или силиконовую пробку с высверленным в центре отверстием. На рисунках 6 и 7 приведены примеры рекомендуемых центрирующих приспособлений.

При ручном методе испытаний продуктов с низкой температурой начала кипения возможно, что одно или более делений термометра будет закрыто центрирующим приспособлением.

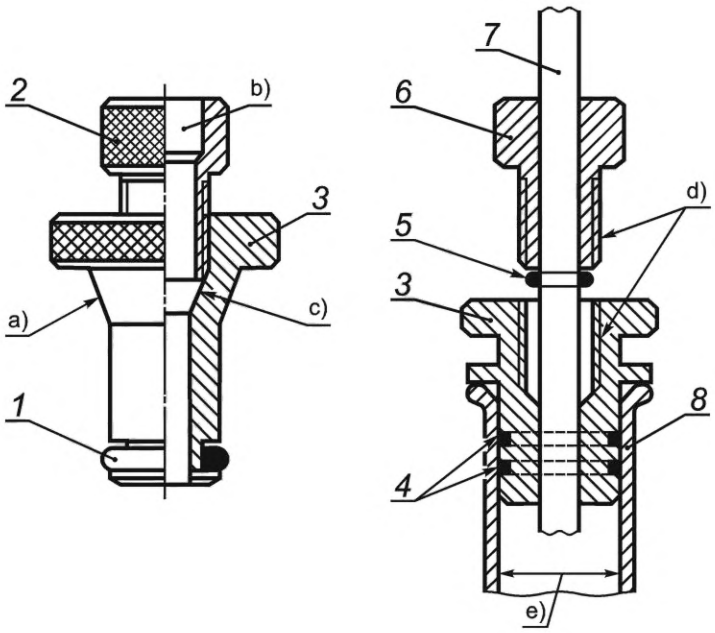
Допускается использовать другие центрирующие приспособления, обеспечивающие установку и удержание температурного датчика в середине горловины перегонной колбы.



a) Навинчивающаяся крышка.
b) Ручка с насечкой.
c) Внешний конус 19/26.

1 — уплотнительное кольцо круглого сечения

Рисунок 6 — Центрирующее приспособление из политетрафторэтилена (ПТФЭ) для стеклянного шлифа



a) Конус для центрирования в горловине перегонной колбы.
b) Высверленное отверстие для термодатчика Pt100.
c) Уплотнение без уплотнительного кольца.
d) Резьба.
e) Внутренний диаметр горловины колбы должен быть высокоточным.

1 — уплотнительное кольцо круглого сечения из фторкаучука Viton или перфторированного эластомера; *2* — компрессионная гайка из ПТФЭ; *3* — корпус из ПТФЭ; *4* — два уплотнительных кольца круглого сечения из фторкаучука Viton или перфторированного эластомера; *5* — компрессионное кольцо; *6* — компрессионная гайка; *7* — термометр или термодатчик Pt100; *8* — горловина перегонной колбы

Рисунок 7 — Схемы центрирующих приспособлений для прямой горловины перегонной колбы

5.10 Барометр

Барометр, обеспечивающий измерение атмосферного давления с точностью не менее 0,1 кПа, на высоте расположения лаборатории над уровнем моря. Не используют барометры-анероиды, предварительно скорректированные на показание давления на уровне моря.

Барометр должен быть установлен в помещении, в котором проводят испытания.

6 Пробы и отбор проб

6.1 Классификация проб

Классифицируют отбираемый продукт в соответствии с таблицей 1. В таблице 1 приведены общие рекомендации по условиям отбора проб*.

Таблица 1 — Группы продуктов и условия отбора проб

Показатель	Группа продукта			
	1	2	3	4
Наименование продукта	Бензин	Бензин	Авиационное топливо с широким интервалом выкипания	Керосин/газойль

* *При осуществлении оценки соответствия требованиям ТР ТС 013/2011 топливо для реактивных двигателей марки ТС-1 относят к группе продукта 2 (см. таблицу 1).*

Окончание таблицы 1

Показатель	Группа продукта			
	1	2	3	4
Давление сухих насыщенных паров DVPE, кПа	≥ 65,5	< 65,5	< 65,5	< 65,5
Температура начала кипения IBP, °C	—	—	≤ 100	> 100
Температура конца кипения FBP, °C	≤ 250	≤ 250	> 250	> 250
Температура контейнера с пробой, °C	< 10	—	—	—
Температура пробы при отборе, °C	≤ 10	≤ 10	Температура окружающей среды[a)]	Температура окружающей среды[a)]
Температура хранения пробы, °C	<10[b)]	<10[b)]	Температура окружающей среды	Температура окружающей среды
Образец содержит воду	Повторно отбирают пробу или сушат		Сушат	
См. пункт	6.3.2	6.3.2	6.3.3	6.3.3

[a)] Если проба не течет при температуре окружающей среды, ее температура должна быть на 9 °C — 21 °C выше температуры застывания.

[b)] При отсутствии возможности хранения при температуре ниже 10 °C, пробу можно хранить в плотно закрытом контейнере при температуре ниже 20 °C, см. 6.2.2.

6.2 Подготовка проб до отбора

6.2.1 Общие положения

Если нет других указаний, пробы отбирают по ISO 3170 или ISO 3171 с учетом требований таблицы 1. Перед проведением испытания пробу выдерживают при температуре, указанной в таблице 1, и защищают от прямого нагрева или солнечного света.

6.2.2 Группы 1 и 2

При необходимости пробу отбирают в предварительно охлажденный до температуры ниже 10 °C контейнер. По возможности готовят контейнер, погружая его в испытуемый продукт и отбрасывая первую порцию продукта. Если погружение невозможно, пробу переливают в предварительно охлажденный контейнер, сводя к минимуму перемешивание. Сразу же закрывают контейнер плотно подогнанной пробкой и помещают в ледяную баню или холодильник для хранения при температуре ниже установленной. Перед испытанием пробу выдерживают при температуре ниже 10 °C и хранят при этой же температуре или ниже. Если невозможно выдерживать и хранить пробу при температуре ниже 10 °C, ее можно хранить при температуре не выше 20 °C. При этом перед открыванием контейнера пробу охлаждают до температуры ниже 10 °C.

6.2.3 Группы 3 и 4

Выдерживают пробу при температуре окружающей среды. Если при температуре окружающей среды проба не течет, ее выдерживают при температуре на 9 °C — 21 °C выше температуры застывания. Для обеспечения однородности перед отбором образца для испытаний пробу энергично встряхивают и не учитывают температурный диапазон для приемного цилиндра, указанный в таблице 2. Перед испытанием приемный цилиндр нагревают приблизительно до той же температуры, что и пробу, нагретый образец наливают точно до метки 100 см^3. Как можно быстрее переносят образец для испытания в перегонную колбу.

Предупреждение — При нагревании полностью заполненный плотно закрытый холодный контейнер с пробой может разрушиться.

6.3 Обезвоживание пробы

6.3.1 Общие положения

Не испытывают визуально мутную (содержащую взвешенную воду) пробу или пробу, предположительно содержащую воду.

6.3.2 Группы 1 и 2

Если проба не сухая, отбирают другую пробу, не содержащую взвешенную воду. Если невозможно отобрать сухую пробу, пробу, выдерживаемую при температуре от 0 °С до 10 °С, сушат встряхиванием с добавлением достаточного количества безводного сульфата натрия или другого подходящего осушающего агента. Для испытания используют декантированную порцию высушенной пробы, выдержанной при температуре от 0 °С до 10 °С, и указывают, что проба для испытания была высушена осушителем.

Данные межлабораторных испытаний показывают, что удаление взвешенной воды из мутных образцов продуктов групп 1 и 2 по данной процедуре не оказывает статистически значимого влияния на результаты испытания.

6.3.3 Группы 3 и 4

Если невозможно получить сухую пробу, взвешенную воду удаляют встряхиванием с безводным сульфатом натрия или другим подходящим осушающим агентом и декантацией пробы.

7 Подготовка аппаратуры

7.1 Готовят аппаратуру по таблице 2, выбирая соответствующую перегонную колбу, систему измерения температуры и прокладку для колбы, установленные для конкретной группы продукта. При использовании газовой горелки применяют опору для колбы типа 1 (5.6.1). При использовании электронагревателя применяют опору для колбы типа 2 (5.6.2). Доводят температуру колбы, термометра, приемного цилиндра, датчика температуры и охлаждающей бани до указанной в таблице 2.

Таблица 2 — Подготовка аппаратуры

Показатель	Группа продукта			
	1	2	3	4
Система измерения температуры (5.8)	Низкий диапазон	Низкий диапазон	Низкий диапазон	Высокий диапазон
Диаметр отверстия в прокладке для колбы, мм	38	38	50	50
Температура в начале испытания, °С:				
- колбы и термометра	13—18	13—18	13—18	Не выше температуры окружающей среды
- прокладки для колбы и кожуха	Не выше температуры окружающей среды	Не выше температуры окружающей среды	Не выше температуры окружающей среды	—
- приемного цилиндра и пробы	13—18	13—18	13—18	От 13 до температуры окружающей среды

7.2 Обеспечивают поддержание установленной температуры охлаждающей бани и приемного цилиндра. Приемный цилиндр устанавливают в бане таким образом, чтобы уровень жидкости был не ниже отметки 100 $см^3$, или устанавливают цилиндр в охлаждающей камере с циркулирующим воздухом.

Для продуктов групп 1, 2 и 3 в качестве среды для низкотемпературной бани используют колотый лед с водой, охлажденный солевой раствор и охлажденный этиленгликоль.

Для продуктов группы 4 в качестве среды для бани с температурой окружающей среды и выше используют холодную воду, горячую воду и нагретый этиленгликоль.

7.3 Удаляют остаточную жидкость из трубки холодильника тампоном из мягкой безворсовой ткани, используя корд или медную проволоку.

7.4 Для образцов продуктов групп 1, 2 и 3 температурный датчик низкого диапазона, снабженный плотно пригнанной корковой или силиконовой пробкой, устанавливают в горловину емкости с пробой и доводят температуру до указанной в таблице 2.

7.5 После достижения необходимой температуры отбирают 100 $см^3$ испытуемого образца в приемный цилиндр и, по возможности, полностью переносят в перегонную колбу, не допуская попадания жидкости в пароотводную трубку.

Примечание 1 — Вещества, которые испаряются во время переноса, увеличивают потери; вещества, которые остаются в мерном цилиндре, увеличивают объем отгона при температуре начала кипения.

Если предполагается бурное кипение, к пробе добавляют небольшое количество чистых и сухих кипелок.

Примечание 2 — Теоретически объем осадка на кипелках является частью остатка, однако это значение весьма незначительно, и им можно пренебречь.

7.6 С помощью центрирующего приспособления (5.9) устанавливают соответствующий температурный датчик. Шарик стеклянного ртутного термометра должен находиться в центре горловины колбы, нижний конец ртутного капилляра — на уровне нижней точки внутренней стенки пароотводной трубки (см. рисунок 8). При использовании термопары или термометра сопротивления датчик должен находиться ниже уровня пароотводной трубки перегонной колбы в соответствии с инструкцией изготовителя.

Для облегчения разборки аппарата после его использования на сопрягаемую поверхность центрирующего приспособления из политетрафторэтилена (ПТФЭ) наносят небольшое количество вакуумной смазки.

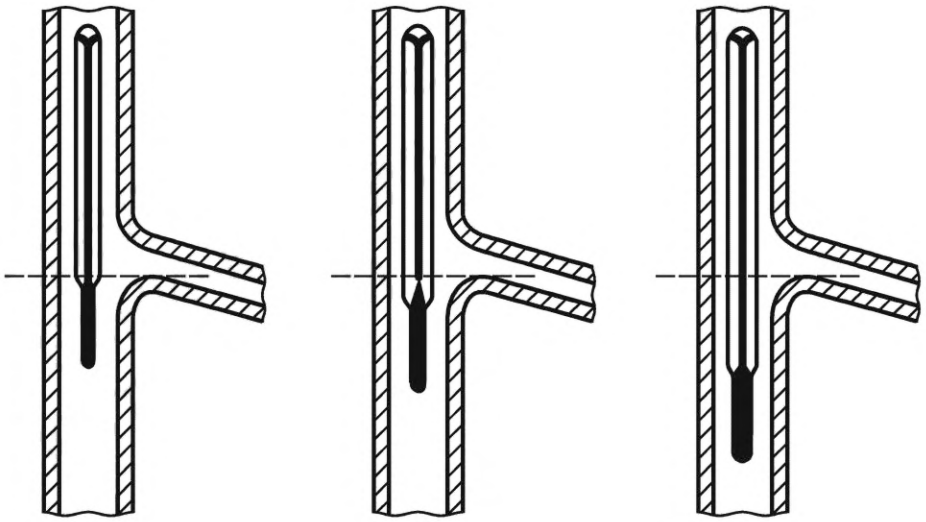


Рисунок 8 — Положение термометра в перегонной колбе

7.7 Плотно вставляют пароотводную трубку колбы с туго подогнанной пробкой (корковой или силиконовой) в трубку холодильника. Устанавливают колбу вертикально таким образом, чтобы пароотводная трубка входила в трубку холодильника на 25—50 мм. Поднимают и устанавливают прокладку так, чтобы она плотно прилегала ко дну колбы.

7.8 Не высушивая, помещают приемный цилиндр, использованный для измерения объема испытуемого образца, в баню под нижний конец трубки холодильника таким образом, чтобы ее кончик был в центре приемного цилиндра на глубине не менее 25 мм, но не ниже отметки 100 $см^3$. При необходимости используют конденсатную ловушку. При использовании ручного аппарата закрывают приемный цилиндр фильтровальной бумагой или аналогичным материалом, плотно облегающим трубку холодильника. При использовании автоматического аппарата при необходимости закрывают приемный цилиндр устройством, входящим в комплект аппарата.

7.9 Регистрируют температуру и барометрическое давление в лаборатории и сразу приступают к перегонке в соответствии с разделом 9 или 10 в зависимости от используемой аппаратуры.

8 Проверка аппаратуры

8.1 Датчики уровня

Для автоматического аппарата датчик/регистратор уровня должен иметь разрешение 0,1 $см^3$ с максимальной погрешностью 0,3 $см^3$ между отметками 5 и 100 $см^3$. Проверяют калибровку аппарата в сборе в соответствии с инструкциями изготовителя не реже одного раза в 3 мес.

Примечание — Стандартная процедура проверки включает проверку с использованием приемника, содержащего 5 и 100 $см^3$ образца соответственно.

8.2 Электронные устройства измерения температуры

8.2.1 Проверку калибровки температурных датчиков выполняют не реже одного раза в 6 мес. Электронную схему для термометров сопротивления проверяют по эталону сопротивления. При проверке не применяют алгоритмы для корректировки запаздывания температуры и влияния выступающего столбика (см. инструкции изготовителя). Отклик системы измерения температуры проверяют по одной из процедур, описанных в 8.2.2, 8.2.3 или 8.2.4.

8.2.2 Перегоняют толуол квалификации ч. д. а. (или другой квалификации при условии обеспечения такой же точности результатов испытания) в соответствии с ISO 918 и определяют, попадает ли полученное значение температуры 50 % об. отогнанного продукта в указанный ниже диапазон температур.

При определении смещения в качестве проверочной жидкости применяли толуол, но это не дает почти никакой информации о том, как электронная система измерения моделирует температурное запаздывание стеклянного ртутного термометра. В приложении В приведен метод определения этого расхождения по времени запаздывания.

Для проверки отклика при повышенных температурах используют цетан (гексадекан).

Примечание — В справочниках указано, что в условиях по ISO 918 с применением термометра неполного погружения толуол кипит при температуре 110,6 °С, а цетан — при 287,0 °С. Поскольку в настоящем стандарте используют термометры, калиброванные на полное погружение, результаты будут занижены. Приблизительные значения, полученные при проведении межлабораторных испытаний, следующие:

	Ручной аппарат	Автоматический аппарат
Толуол (продукты группы 1, 2, 3)	105,9 °С —111,8 °С	108,5 °С — 109,7 °С
Цетан (продукты группы 4)	272,2 °С — 283,1 °С	277,0 °С — 280,0 °С

8.2.3 Перегоняют по методу настоящего стандарта стандартные образцы жидкостей, соответствующих конкретной группе продукта, применяя последовательно соответствующий ртутный стеклянный термометр, затем альтернативное устройство или систему измерения температуры. Регистрируют систематические отклонения по всему диапазону измеряемых температур для гарантии того, что отклонение не превышает повторяемости настоящего метода испытания и алгебраическая сумма отклонений близка к нулю.

8.2.4 Перегоняют по методу настоящего стандарта аттестованные стандартные образцы жидкостей, соответствующих конкретной группе продукта. Регистрируют систематические отклонения по всему диапазону измеряемых температур для гарантии того, что отклонение не превышает повторяемости настоящего метода испытания и алгебраическая сумма отклонений близка к нулю.

Примечание — Аттестованные стандартные образцы, представляющие собой смеси отдельных соединений, для продуктов групп 1 и 4 имеются в продаже.

8.3 Электронное устройство измерения давления

Проверяют показания барометрического устройства по барометру (5.10) не реже одного раза в 6 мес, а также после ремонта или заменены системы.

9 Проведение испытания с использованием ручного аппарата

9.1 Нагревают перегонную колбу (5.2) с испытуемым образцом, при этом кончик трубки холодильника (см. 5.3) не должен касаться стенки приемного цилиндра (5.7.1), позволяя наблюдать образование первой капли конденсата. Нагревание на этой стадии регулируют таким образом (5.5), чтобы время от

начала нагревания до достижения температуры начала кипения соответствовало указанному в таблице 3.

9.2 Отмечают и записывают падение первой капли конденсата как температуру начала кипения с точностью до 0,5 °С. Если не применяют конденсатную ловушку, после падения первой капли перемещают приемный цилиндр так, чтобы кончик трубки холодильника касался внутренней стенки цилиндра.

9.3 Регулируют нагревание таким образом, чтобы время от достижения температуры начала кипения до получения 5 % об. отогнанного продукта соответствовало указанному в таблице 3.

Таблица 3 — Условия проведения испытания

Показатель	Группа продукта			
	1	2	3	4
Температура охлаждающей бани, °С	0—1	0—5	0—5	0—60
Температура среды вокруг приемного цилиндра, °С	13—18	13—18	13—18	±3 от температуры образца перед началом нагревания
Время от начала нагревания до IBP, мин	5—10	5—10	5—10	5—15
Время от IBP до получения 5 % об. отогнанного продукта, с	60—100	60—100	—	—
Постоянная средняя скорость конденсации от 5 % об. отогнанного продукта до 5 $см^3$ остатка в перегонной колбе, $см^3$/мин	4—5	4—5	4—5	4—5
Время от получения 5 $см^3$ остатка в перегонной колбе до FBP, мин, не более	5	5	5	5

9.4 Продолжают регулировать нагревание так, чтобы средняя скорость конденсации от 5 % об. отогнанного продукта до остатка 5 $см^3$ в перегонной колбе была равномерной и составляла от 4 до 5 $см^3$/мин.

9.4.1 Из-за различных размеров перегонной колбы и условий проведения испытания пар и жидкость в зоне датчика температуры (см. 5.8) не находятся в термодинамическом равновесии. Поэтому скорость перегонки будет влиять на измеряемую температуру пара и она, по возможности, должна быть постоянной в течение всего испытания.

9.4.2 В настоящем стандарте «постоянная средняя скорость конденсации» имеет следующее значение. Нагревание перегонной колбы регулируют таким образом, чтобы поддерживать как можно более равномерную скорость конденсации, что обеспечит наилучшую прецизионность испытаний. Однако в некоторых случаях при перегонке может быть один или несколько кратковременных периодов со скоростью конденсации, отличающейся от 4—5 $см^3$/мин по 9.4 и таблице 3. Это обычное явление для некоторых типов образцов.

Эти кратковременные периоды отклонения скорости конденсации могут длиться в течение нескольких процентов отогнанного продукта до тех пор, пока кривая температуры не станет постоянной, и могут возникать несколько раз в течение всей перегонки. Эти отклонения обычно нормализуются после того, как кривая температуры снова становится постоянной.

Эти кратковременные периоды не должны происходить в течение всей перегонки. Как правило, они не должны длиться более 10 % об. отогнанного продукта. В эти периоды существенно снижается точность показаний температуры. Требование 9.4 и таблицы 3 удовлетворяются, если общая рассчитанная средняя скорость конденсации от 5 % об. отогнанного продукта до 5 $см^3$ остатка в перегонной колбе находится в установленных пределах.

Например, образцы бензина с содержанием этанола 10 % или образцы, которые показывают значительное изменение кривой температуры во время перегонки, кратковременно могут иметь скорость конденсации, отличающуюся от значения, приведенного в 9.4 и таблице 3.

Примечание — При испытании продуктов группы 1 или 2 конденсат может образовывать несмешиваемые фазы, капли на термометре и в горловине перегонной колбы при температуре пара приблизительно 160 °С. Это сопровождается резким (приблизительно на 3 °С) снижением температуры пара и снижением скорости перегонки. Это явление может продолжаться 10—40 с, прежде чем температура восстановится и конденсат начнет снова стекать. Эту температуру отмечают как «температуру задержки».

9.5 Если не выполнены условия, указанные в 9.1—9.4, перегонку повторяют.

9.6 Если образец разлагается при определенной температуре, прерывают нагревание и выполняют операции по 9.10.

9.7 В интервале между температурой начала кипения и концом перегонки отмечают и записывают данные, необходимые для вычисления и оформления результатов испытаний, согласно спецификации или как установлено для испытуемого продукта.

Данные могут включать показания термометра при установленных процентах отогнанного продукта или процент отогнанного продукта при установленных температурах.

Записывают все значения объемов отогнанного продукта с точностью до 0,5 см^3 и все показания термометра с точностью до 0,5 °С.

Если нет других указаний, для продуктов всех групп записывают температуру начала кипения, температуру конца кипения и/или температуру выпаривания. Отмечают показания термометра при отгоне 5 % об., 15 % об., 85 % об. и 95 % об. и записывают значения через каждые 10 % об. в диапазоне от 10 % об. до 90 % об. включительно.

При испытании керосина (продуктов группы 4) с использованием термометра высокого диапазона его показания могут быть закрыты центрирующим устройством. Если эти показания необходимы, выполняют вторую перегонку в соответствии с требованиями для продуктов группы 3. В таких случаях вместо закрытых показаний термометра высокого диапазона записывают показания термометра низкого диапазона, что указывают в протоколе испытания. При наличии договоренности об отказе от таких показаний термометра высокого диапазона это указывают в протоколе испытания (см. раздел 15).

При необходимости записывать показание термометра при заданном проценте выпаривания или отогнанного продукта для пробы, которая имеет быстро меняющийся наклон кривой перегонки в области заданного процента выпаривания или отогнанного продукта, регистрируют температурные показания при каждом 1 % об. отогнанного продукта. Наклон считают быстро меняющимся, если изменение наклона С по точкам в конкретном интервале более 0,6; наклон С вычисляют по формуле

$$C = \frac{T_2 - T_1}{V_2 - V_1} - \frac{T_3 - T_2}{V_3 - V_2}, \quad (1)$$

где T_1 — показание термометра, соответствующее проценту отогнанного продукта, предшествующему заданному значению процента отогнанного продукта, °С;

T_2 — показание термометра, соответствующее заданному значению % об. отогнанного продукта, °С;

T_3 — показание термометра, соответствующее последующему за заданным значением процента отогнанного продукта, °С;

V_1 — значение процента отогнанного продукта, предшествующего заданному значению процента отогнанного продукта, % об.;

V_2 — заданное значение процента отогнанного продукта, % об.;

V_3 — значение процента отогнанного продукта, последующего за заданным, % об.

9.8 Окончательную регулировку нагревания проводят при объеме остающейся в перегонной колбе жидкости приблизительно 5 см^3. Чтобы определить, когда в перегонной колбе останется приблизительно 5 см^3 жидкости, из 93,5 см^3 вычитают расчетный объем потерь и оценивают объем отогнанного продукта в приемном цилиндре в это время.

Время с момента, когда в колбе остается 5 см^3 жидкого остатка, до температуры конца кипения должно соответствовать пределам, установленным в таблице 3. Если это условие не выполнено, повторяют испытание, изменяя регулировку нагревания.

Повторяют испытание, если действительные потери отличаются от расчетного значения более чем на 2 $см^3$.

Поскольку очень трудно определить объем кипящей в перегонной колбе жидкости, его вычисляют по объему жидкости в приемном цилиндре. Установлено, что объем жидкости в трубках аппарата равен 1,5 $см^3$, следовательно, можно предположить, что объем жидкости 5 $см^3$ в перегонной колбе соответствует объему 93,5 $см^3$ в приемном цилиндре при отсутствии потерь.

9.9 Отмечают и регистрируют температуру конца кипения и/или температуру выпаривания и прекращают нагревание.

9.10 При продолжающем стекать в приемный цилиндр конденсате отмечают его объем с точностью до 0,5 $см^3$ с интервалом 2 мин до совпадения двух последовательных показаний. Измеряют объем и записывают его как процент отгона с точностью до 0,5 $см^3$. Если перегонка была прекращена из-за разложения образца, вычитают из 100 процент отгона, записывают разность как процент остатка после перегонки и потерь и не выполняют процедуру по 9.11.

9.11 После охлаждения и прекращения выделения паров перегонную колбу отсоединяют от холодильника и выливают остаток в мерный цилиндр вместимостью 5 $см^3$ (5.7.2), подвешивая колбу над цилиндром и оставляя до тех пор, пока не прекратится заметное увеличение объема жидкости в цилиндре. Определяют объем жидкости в цилиндре и записывают с точностью до 0,1 $см^3$ как процент остатка.

В случае вязкого остатка выливают содержимое в мерный цилиндр вместимостью 5 $см^3$, пока колба теплая, и охлаждают остаток.

Предупреждение — При добавлении кипелок избегают попадания их в цилиндр для остатка.

Если мерный цилиндр вместимостью 5 $см^3$ не имеет градуировки ниже 1 $см^3$, а объем жидкости менее 1 $см^3$, для точного определения объема остатка предварительно наполняют приемный цилиндр вязким маслом до отметки 1 $см^3$.

Для продуктов группы 4 проверяют трубку холодильника и пароотводную трубку перегонной колбы на наличие парафинистых или твердых отложений. При их обнаружении повторяют испытание, повышая температуру бани холодильника в соответствии с таблицей 3.

9.12 Если требуется определить только процент выпаривания или процент отогнанного продукта при предварительно определенном скорректированном показании термометра, процедуру модифицируют, как указано в приложении С.

10 Проведение испытания с использованием автоматического аппарата

10.1 Нагревают перегонную колбу (5.2) с испытуемым образцом, при этом кончик трубки холодильника должен касаться стенки приемного цилиндра (5.7.1). Нагревание на этой стадии регулируют таким образом (5.5), чтобы интервал времени между началом нагревания и достижением температуры начала кипения соответствовал указанному в таблице 3.

10.2 Регистрируют падение первой капли конденсата как температуру начала кипения с точностью до 0,1 °С.

10.3 Регулируют нагревание таким образом, чтобы время от достижения температуры начала кипения до получения 5 % об. отогнанного продукта соответствовало указанному в таблице 3.

10.4 Продолжают регулировать нагревание так, чтобы средняя скорость конденсации от 5 % об. отогнанного продукта до остатка 5 $см^3$ в перегонной колбе была равномерной и составляла 4—5 $см^3$/мин.

10.4.1 Из-за различных размеров перегонной колбы и условий проведения испытания пар и жидкость в зоне датчика температуры (см. 5.8) не находятся в термодинамическом равновесии. Поэтому скорость перегонки будет влиять на измеряемую температуру пара, и она, по возможности, должна быть постоянной в течение всего испытания.

10.4.2 В настоящем стандарте «постоянная средняя скорость конденсации» имеет следующее значение. Нагревание перегонной колбы регулируют таким образом, чтобы поддерживать как можно более равномерную скорость конденсации, что обеспечит наилучшую прецизионность испытаний. Однако в некоторых случаях при перегонке может быть один или несколько кратковременных периодов со скоростью конденсации, отличающейся от 4—5 $см^3$/мин по 10.4 и таблице 3. Это обычное явление для некоторых типов образцов.

Эти кратковременные периоды отклонения скорости конденсации могут длиться в течение нескольких процентов отогнанного продукта до тех пор, пока кривая температуры не станет постоянной, и могут возникать несколько раз в течение всей перегонки. Эти отклонения обычно нормализуются после

того, как кривая температуры снова становится постоянной. Эти кратковременные периоды не должны происходить в течение всей перегонки.

Как правило, кратковременные периоды отклонения скорости конденсации не должны длиться более 10 % об. отогнанного продукта. В эти периоды существенно снижается точность показаний температуры. Требования 10.4 и таблицы 3 удовлетворяются, если общая рассчитанная средняя скорость конденсации от 5 % об. отогнанного продукта до 5 см^3 остатка в перегонной колбе находится в установленных пределах.

Например, образцы бензина с содержанием этанола 10 % или образцы, которые показывают значительное изменение кривой температуры в точках во время перегонки, могут иметь кратковременную скорость конденсации, которая отличается от указанного в 10.4 и таблице 3 требования от 4 до 5 см^3/мин.

Примечание — При испытании продуктов группы 1 или 2 конденсат может образовывать несмешиваемые фазы, капли на термометре и в горловине перегонной колбы при температуре пара приблизительно 160 °С. Это сопровождается резким (приблизительно на 3 °С) снижением температуры пара и снижением скорости перегонки. Это явление может продолжаться 10—40 с, прежде чем температура восстановится и конденсат начнет снова стекать. Эту температуру отмечают как «температуру задержки».

10.5 Если не выполнены условия, указанные в 10.1—10.4, перегонку повторяют.

10.6 Если проба разлагается при определенной температуре, прерывают нагревание и выполняют операции по 10.10.

10.7 В интервале между температурой начала кипения и концом перегонки отмечают и записывают данные, необходимые для вычисления и оформления результатов испытаний, согласно спецификации или как установлено для испытуемого продукта.

Данные могут включать значения температуры при установленных процентах отогнанного продукта или процент отогнанного продукта при установленных значениях температуры.

Записывают все значения объемов отогнанного продукта с точностью до 0,1 см^3 и все показания термометра с точностью до 0,1 °С.

Если нет других указаний, для продуктов всех групп записывают температуру начала кипения, температуру конца кипения и/или температуру выпаривания. Отмечают показания термометра при отгоне 5 % об., 15 % об., 85 % об. и 95 % об. и записывают значения объемов отогнанного продукта через каждые 10 % об. в диапазоне от 10 % об. до 90 % об. включительно.

10.8 Окончательную регулировку нагревания проводят при объеме остающейся в перегонной колбе жидкости приблизительно 5 см^3. Чтобы определить, когда в перегонной колбе останется приблизительно 5 см^3 жидкости, из 93,5 см^3 вычитают расчетный объем потерь и оценивают объем отогнанного продукта в приемном цилиндре в это время.

Время с момента, когда в колбе остается 5 см^3 жидкого остатка, до температуры конца кипения должно соответствовать пределам, установленным в таблице 3. Если это условие не выполнено, повторяют испытание, изменяя регулировку нагревания.

Повторяют испытание, если действительные потери отличаются от расчетного значения более чем на 2 см^3.

Поскольку очень трудно определить объем кипящей в перегонной колбе жидкости, его вычисляют по объему жидкости в приемном цилиндре. Установлено, что объем жидкости в трубках аппарата равен 1,5 см^3; следовательно, можно предположить, что объем жидкости 5 см^3 в перегонной колбе соответствует объему 93,5 см^3 в приемном цилиндре при отсутствии потерь.

10.9 Отмечают и регистрируют температуру конца кипения и/или температуру выпаривания и прекращают нагревание.

10.10 При продолжающем стекать в приемный цилиндр конденсате отмечают его объем с точностью до 0,1 см^3 с интервалом 2 мин до совпадения двух последовательных показаний. Измеряют объем и записывают его как процент отгона с точностью до 0,1 см^3.

10.11 После охлаждения и прекращения выделения паров перегонную колбу отсоединяют от холодильника и выливают остаток в мерный цилиндр вместимостью 5 см^3 (5.7.2), подвешивая колбу над цилиндром и оставляя до тех пор, пока не прекратится заметное увеличение объема жидкости в цилиндре. Определяют объем жидкости в цилиндре и записывают с точностью до 0,1 см^{3}как процент остатка.

В случае вязкого остатка выливают содержимое в мерный цилиндр вместимостью 5 см^3, пока колба теплая, и охлаждают остаток.

Предупреждение — При добавлении кипелок избегают попадания их в цилиндр для остатка.

Если мерный цилиндр вместимостью 5 см^3 не имеет градуировки ниже 1 см^3, а объем жидкости менее 1 см^3, для точного определения объема остатка приемный цилиндр предварительно наполняют вязким маслом до отметки 1 см^3.

Для продуктов группы 4 проверяют трубку холодильника и пароотводную трубку перегонной колбы на наличие парафинистых или твердых отложений. При их обнаружении повторяют испытание, повышая температуру бани холодильника в соответствии с таблицей 3.

11 Обработка результатов

11.1 Общий процент отгона равен сумме процента отгона (9.10 или 10.10) и процента остатка после перегонки (9.11 или 10.11). Процент потерь получают вычитанием из 100 значения общего процента отгона.

11.2 Показания термометра корректируют на давление 101,3 кПа. Определяют поправку T_C, которую применяют к каждому показанию термометра, с помощью таблицы 4 или уравнения Сиднея Янга

$$T_C = 0{,}0009(101{,}3 - p_k)(273 + T), \quad (2)$$

где p_k — барометрическое давление при проведении испытания в лаборатории, кПа;

T — показание термометра, °С.

Если при испытании барометрическое давление менее 101,3 кПа, к наблюдаемой температуре прибавляют абсолютное значение температурной поправки, а если барометрическое давление более 101,3 кПа, температурную поправку вычитают.

Для абсолютной точности наблюдаемое барометрическое давление корректируют на температуру 0 °С и стандартную силу тяжести, чтобы компенсировать изменения силы тяжести на широте размещения лаборатории. Эти поправки незначительны и приводят к корректировке температуры начала кипения менее 0,2 °С. Корректировку не проводят, если нет соответствующего требования.

Показания термометра не корректируют на барометрическое давление 101,3 кПа, если в спецификации на продукт или в соглашении заинтересованных сторон указано, что такая корректировка при испытании продукта не нужна или корректировку следует проводить на другое базовое давление.

После введения поправок и округления каждого результата с точностью до 0,5 °С для ручного аппарата или 0,1 °С для автоматического аппарата в дальнейших вычислениях и записях используют скорректированные показания термометра.

Таблица 4 — Приближенные поправки к показаниям температурного датчика

Диапазон температур, °С	Поправка, °С/кПа	Диапазон температур, °С	Поправка, °С/кПа
10,0—29,5	0,27	210,0—229,5	0,45
30,0—49,5	0,29	230,0—249,5	0,48
50,0—69,5	0,31	250,0—269,5	0,49
70,0—89,5	0,32	270,0—289,5	0,51
90,0—109,5	0,35	290,0—309,5	0,53
110,0—129,5	0,36	310,0—329,5	0,55
130,0—149,5	0,38	330,0—349,5	0,57
150,0—169,5	0,40	350,0—369,5	0,58
170,0—189,5	0,42	370,0—389,5	0,60
190,0—209,5	0,44	390,0—410,0	0,62

11.3 Если показания термометра скорректированы на давление 101,3 кПа, фактические потери должны быть скорректированы на такое же давление 101,3 кПа. Вычисляют скорректированные потери L_c, % об., по формуле

$$L_c = 0{,}5 + \frac{L - 0{,}5}{1 + 0{,}125(101{,}3 - p)}, \quad (3)$$

где L — процент потерь, вычисленный на основании результатов испытания, % об.;

p — наблюдаемое барометрическое давление, кПа.

Примечание — Формула (3), на которую дается ссылка в ASTM D 86—96 и в более поздних изданиях [1], выведена на основе экспериментальных данных.

11.4 Вычисляют соответствующий скорректированный процент отгона R_c, % об., по формуле

$$R_c = R + (L - L_c), \quad (4)$$

где R — наблюдаемый процент отгона, % об.;

L — наблюдаемые потери, % об.;

L_c — скорректированные потери, % об.

11.5 Для записи процентов выпаривания P_e, % об., при установленных значениях температуры процент потерь прибавляют к наблюдаемому проценту отогнанного продукта P_r при установленных значениях температуры по формуле

$$P_e = P_r + L, \quad (5)$$

где P_r — отогнанный продукт, % об.;

L — наблюдаемые потери, % об.

11.6 Для метода с использованием ручного аппарата процент выпаривания определяют следующим образом.

Определяют значения температуры при установленных процентах выпаривания по одному из способов, приведенных в 11.6.1 или 11.6.2. В протоколе испытания указывают использованный способ — арифметический или графический.

11.6.1 Для получения соответствующего процента отогнанного продукта арифметическим способом вычитают отмечаемые потери из каждого установленного процента выпаривания. Вычисляют необходимое значение температуры T, °С, по формуле

$$T = T_I + \frac{(T_h - T_I)(R - R_I)}{R_h - R_I}, \quad (6)$$

где T_l — значение температуры при R_l, °С;

T_h — значение температуры при R_h, °С;

R — процент отогнанного продукта, соответствующий установленному проценту выпаривания, % об.;

R_l — процент отогнанного продукта ближайший и ниже R, % об.;

R_h — процент отогнанного продукта ближайший и выше R, % об.

На значения, полученные арифметическим способом, влияет нелинейность графика перегонки. Интервалы между последовательными точками на любой стадии испытания должны соответствовать интервалам, указанным в 9.7. При вычислениях не используют экстраполяцию.

11.6.2 При использовании графического способа на миллиметровой бумаге с одинаковыми делениями строят график зависимости показаний термометра, при необходимости скорректированных на барометрическое давление (см. 11.2), от соответствующего процента отогнанного продукта. Построение графика начинают с температуры начала кипения при нулевом проценте отогнанного продукта. Проводят плавную кривую, соединяющую точки. Для каждого требуемого процента выпаривания вычитают потери при перегонке, чтобы получить соответствующий процент отогнанного продукта, и находят по графику показание термометра, соответствующее этому проценту отогнанного продукта. Значения, полученные способом графической интерполяции, зависят от тщательности построения графика.

Примечание — В приложении D приведены примеры вычисления результатов.

11.7 Для метода с использованием автоматического аппарата процент выпаривания определяют следующим образом.

При проведении испытания на автоматическом аппарате способы по 11.6 не применяют, т. к. аппарат фиксирует зависимость температуры от объема отгона и хранит их в памяти. Значение температуры с интервалом 0,1 % об. при заданном проценте выпаривания получают непосредственно из базы данных.

12 Оформление результатов

12.1 Указывают метод отбора проб.

12.2 Регистрируют все объемные проценты с точностью до 0,5 % об. для ручного метода или с точностью до 0,1 % об. для автоматического метода, а также все значения температуры с точностью до 0,5 °С для ручного метода или 0,1 °С для автоматического метода.

12.3 Указывают используемый метод испытания: ручной или автоматический.

12.4 При отсутствии указаний (см. 11.2, пятый абзац) корректируют показания термометра перед записью на барометрическое давление 101,3 кПа. После проведения корректировки записывают наблюдаемые значения в соответствии с правилами округления, указанными в 12.2, вместе с лабораторным барометрическим давлением. При этом остаток и потери указывают как «наблюдаемые».

12.5 Для продуктов группы 1 или любого продукта с потерей более 2,0 % об. регистрируют зависимость между значением температуры и процентом выпаривания. Для продуктов групп 2, 3 и 4 обычно регистрируют зависимость между значением температуры и процентом отогнанного продукта. Четко указывают способ регистрации.

12.6 Если выполняли процедуру по 6.3.2, образцы групп 1 и 2 регистрируют как «осушенные».

12.7 При применении условий 9.7, пятый абзац, отмечают замену термометра низкого диапазона на термометр высокого диапазона.

Примечание — В приложении F приведены примеры оформления протоколов испытания.

13 Прецизионность метода при использовании ручного аппарата

13.1 Общие положения

Прецизионность, полученная в соответствии с ISO 4259-1 [3] в результате статистического анализа данных межлабораторных испытаний наборов образцов бензинов, керосинов и газойлей с использованием ручного аппарата, приведена в 13.2 и 13.3, значения прецизионности приведены в таблицах 6 и 7. Смещение приведено в 14.4.

Для определения прецизионности результатов испытаний, за исключением температур начала и конца кипения, определяют скорость изменения температуры в данной конкретной точке. Эту переменную, иначе называемую наклоном кривой температуры $\Delta C/\Delta V$, равную отношению изменения температуры к объему продукта, отогнанного или выпаривавшегося в пределах этого изменения температур, вычисляют по формуле

$$\frac{\Delta C}{\Delta V} = \frac{T_U - T_L}{V_U - V_L}, \tag{7}$$

где T_U — максимальная температура для заданного интервала, °С;

T_L — минимальная температура для заданного интервала, °С;

V_U — процент отогнанного продукта или выпаривания, соответствующий T_U, % об.;

V_L — процент отогнанного продукта или выпаривания, соответствующий T_L, % об.

В таблице 5 приведены экспериментальные точки, используемые для определения наклона при конкретных значениях процентов отогнанного продукта или выпаривания. Для проб продуктов группы 1 приведенные показатели прецизионности основаны на значениях наклона, вычисленных по значениям процента выпаривания, для проб продуктов групп 2, 3 и 4 приведенные показатели прецизионности основаны на значениях, вычисленных по значению процента отогнанного продукта.

При температуре конца кипения, наступившей до 95 % об. выпаривания или отогнанного продукта, наклон в конце перегонки вычисляют по формуле

$$\frac{\Delta C}{\Delta V} = \frac{T_{FBP} - T_H}{V_{FBP} - V_H}, \quad (8)$$

где T_{FBP} — температура конца кипения, °С;

T_H — температура с точностью до 0,5 °С при объеме отогнанного продукта V_H, °С;

V_{FBP} — объем при достижении температуры конца кипения, см^3;

V_H — максимальный объем с точностью до 5 % об. перед достижением температуры конца кипения, см^3.

Таблица 5 — Экспериментальные точки для определения наклона кривой температуры

Наклон при, % об.	IBP	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95	FBP
T_L при, % об.	0	0	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95
T_U при, % об.	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	90	95	V_{FBP}
$V_U - V_L$	5	10	15	20	20	20	20	20	20	20	10	5	$V_{FBP} - 95$

13.2 Повторяемость

13.2.1 Продукты группы 1

Расхождение между результатами двух определений, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре на идентичном испытуемом материале при постоянных рабочих условиях, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 6, только в одном случае из двадцати.

13.2.2 Продукты групп 2, 3, 4

Расхождение между результатами двух определений, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре на идентичном испытуемом материале при постоянных рабочих условиях, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 7, только в одном случае из двадцати.

13.3 Воспроизводимость

13.3.1 Продукты группы 1

Расхождение между результатами двух единичных и независимых определений, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 6, только в одном случае из двадцати.

13.3.2 Продукты групп 2, 3, 4

Расхождение между результатами двух единичных и независимых определений, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 7, только в одном случае из двадцати.

Таблица 6 — Прецизионность для продуктов группы 1 (ручной метод)

Процент выпаривания, % об.	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С
IBP	3,3	5,6
5	$r_1 + 0{,}66$	$R_1 + 1{,}11$
10	r_1	R_1
20	r_1	R_1

Окончание таблицы 6

Процент выпаривания, % об.	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С
30—70	r_1	R_1
80	r_1	R_1
90	r_1	$R_1 - 1{,}22$
95	r_1	$R_1 - 0{,}94$
FBP	3,9	7,2

Примечание — r_1 и R_1 — переменные величины, являющиеся постоянной функцией наклона $\Delta C/\Delta V$ для каждой точки перегонки; значения этих переменных вычисляют по формулам:

$$r_1 = 0{,}864\frac{\Delta C}{\Delta V} + 1{,}214;$$

$$R_1 = 1{,}736\frac{\Delta C}{\Delta V} + 1{,}994.$$

Таблица 7 — Прецизионность для продуктов групп 2, 3 и 4 (ручной метод)

Процент отогнанного продукта, % об.	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С
IBP	0,35 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,0	0,93 ($\Delta C/\Delta V$) + 2,8
5—95	0,41 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,0	1,33 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,8
FBP	0,36 ($\Delta C/\Delta V$) + 0,7	0,42 ($\Delta C/\Delta V$) + 3,1
Процент отогнанного продукта при T, °С	0,7 + 0,92/($\Delta C/\Delta V$)	1,5 + 1,78/($\Delta C/\Delta V$)

Примечание — Таблица получена по номограмме, представляющей набор ранее полученных показателей прецизионности.

14 Прецизионность метода при использовании автоматического аппарата

14.1 Общие положения

Прецизионность, полученная в соответствии с ISO 4259-1 [3] в результате статистического анализа данных межлабораторных испытаний наборов образцов бензинов, этанольных топлив для автомобильных двигателей с содержанием этанола до 85 % об., авиационных бензинов, керосинов, дизельных топлив, дизельных топлив с содержанием FAME до 30 %, топочного мазута, топлив для реактивных двигателей, нефтяных растворителей и судовых топлив с использованием автоматического аппарата, приведена в 14.2 и 14.3. Для некоторых топлив была вычислена воспроизводимость отдельных показателей перегонки, приведенная в С.1.5.

Для определения прецизионности результатов испытаний, за исключением температур начала и конца кипения, определяют скорость изменения температуры в данной конкретной точке. Эту переменную, иначе называемую наклоном кривой температуры $\Delta C/\Delta V$, равную отношению изменения температуры за процент отогнанного продукта или выпаривания, вычисляют по формуле (7), приведенной в 13.1.

Примечание — По результатам межлабораторных испытаний 2006 и 2010 гг. с использованием автоматического аппарата была установлена статистическая эквивалентность прецизионности для продуктов групп 1, 2 и 3. Поэтому значения прецизионности для продуктов групп 1, 2 и 3 объединены.

14.2 Повторяемость

14.2.1 Продукты групп 1, 2, 3

Расхождение между результатами двух определений, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре на идентичном испытуемом материале при постоянных рабочих условиях, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 8, только в одном случае из двадцати.

14.2.2 Продукты группы 4

Расхождение между результатами двух определений, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре на идентичном испытуемом материале при постоянных рабочих условиях, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 9, только в одном случае из двадцати.

14.3 Воспроизводимость

14.3.1 Продукты групп 1, 2, 3

Расхождение между результатами двух единичных и независимых определений, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 8, только в одном случае из двадцати.

14.3.2 Продукты группы 4

Расхождение между результатами двух единичных и независимых определений, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале, при нормальном и правильном применении метода испытания в течение длительного времени может превышать значения, указанные в таблице 9, только в одном случае из двадцати.

Таблица 8 — Прецизионность для продуктов групп 1, 2, 3 (автоматический метод)

Процент выпаривания, % об.	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С	Допустимый диапазон, °С
IBP	2,7	4,7	20—50
5	1,4 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	2,5 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	30—60
10	0,9 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	1,9 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	35—65
20	0,9 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	2,0 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	45—70
30	0,8 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	1,8 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	50—85
40	0,9 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	2,0 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	60—100
50	1,0 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	1,9 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	65—115
60	1,1 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	2,0 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	70—125
70	1,5 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	2,1 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	105—140
80	1,1 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	2,0 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	120—155
90	1,8 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	2,8 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	145—175
95	2,0 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	3,6 + 2,8(0,43($\Delta C/\Delta V$) + 0,24)	155—195
FBP	3,3	7,1	175—260
($\Delta C/\Delta V$) — наклон или скорость изменения температуры в градусах Цельсия, вычисленная по 13.1, формула (7).			

Таблица 9 — Прецизионность для продуктов группы 4 (автоматический метод)

Процент отогнанного продукта, % об.	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С	Допустимый диапазон, °С
IBP	0,018*T*	0,055*T*	145—220
5	0,0109*T*	0,03*T*	160—255
10	0,0094*T*	0,022*T*	160—265
20	0,00728*T*	0,0208*T*	175—275
30	0,00582*T*	0,0165*T*	185—285
40	0,005*T*	0,014*T*	195—290
50	1,0	3,0	170—295
60	0,00357*T*	0,0117*T*	220—305
70	0,00355*T*	0,0125*T*	230—315
80	0,00377*T*	0,0136*T*	240—325
90	0,0041*T*	0,015*T*	180—340
95	0,01318(*T* – 140)	0,04105(*T* – 140)	260—360
FBP	2,2	7,1	195—365
T — температура в градусах Цельсия при проценте отогнанного продукта в пределах допустимого диапазона.			

14.4 Смещение

14.4.1 Абсолютное смещение

Смещение не определено, поскольку не существует аттестованного стандартного образца, пригодного для определения смещения настоящего метода испытаний.

14.4.2 Относительное смещение

В результате межлабораторных испытаний, проведенных в 2003 г. с использованием ручных и автоматических аппаратов, было установлено отсутствие смещения между результатами, полученными с использованием ручного и автоматического аппаратов. См. исследовательский отчет ASTM RR:D02-1580 [2].

15 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;
b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;
c) результат испытаний (см. раздел 12);
d) любое отклонение от настоящего стандарта;
e) дату проведения испытания.

Примечание — В приложении F приведены примеры оформления протоколов.

Приложение А
(обязательное)

Требования к термометрам

В таблице А.1 приведены требования к стеклянным ртутным термометрам (см. 5.8.1).

Таблица А.1 — Требования к термометрам

Показатель	Термометр низкого диапазона	Термометр высокого диапазона
Диапазон, °С	Минус 2—300	Минус 2—400
Мелкие деления, °С	1	1
Погружение, мм	Полное	Полное
Общая длина, мм	381—391	381—391
Диаметр столбика, мм	6—7	6—7
Форма ртутного резервуара	Цилиндрическая	Цилиндрическая
Длина ртутного резервуара, мм	10—15	10—15
Диаметр ртутного резервуара, мм	5—6	5—6
Расстояние от дна ртутного резервуара до деления при температуре, мм:		
0 °С	100—110	25—45
300 °С	От 333 до 354	—
400 °С	—	333—354
Длинные деления у каждого, °С	5	5
Цифровые обозначения у каждого, °С	10	10
Максимальная погрешность шкалы, °С	0,5 (до 300 °С)	1,0 (до 370 °С)
Максимальная ширина деления, мм	0,23	0,23
Камера расширения	Требуется [a)]	—
Термостойкость	Предупреждение (см. 5.8.1)	

Примечание — Указанным требованиям соответствуют термометры ASTM 7C/IP 5C (низкий диапазон) и ASTM 8C/IP 6C (высокий диапазон).

[a)] Камера расширения предусмотрена для сброса давления газа и предотвращения разрушения ртутного резервуара при более высоких температурах. Она не обеспечивает соединение разрыва столбика ртути. Не допускается нагревать термометр выше максимального значения температуры для термометра.

Приложение В
(обязательное)

Определение времени запаздывания температурного датчика

В.1 Время запаздывания температурного датчика

В.1.1 Общие положения

Время отклика электронного устройства измерения температуры более короткое, чем стеклянного ртутного термометра. Комплект, состоящий из датчика и его оболочки (кожуха) и/или электронной системы и программного обеспечения, обычно проектируют таким образом, чтобы устройство искусственно воспроизводило запаздывание стеклянного ртутного термометра.

Примечание 1 — В приложении Е приведена информация по типичным поправкам.

Примечание 2 — В настоящее время ISO проводит проверку времени отклика электронного термометра испытанием синтетических смесей в качестве эталонного топлива вместо прямого сравнения электронного термометра со стеклянным ртутным термометром.

Примечание 3 — Пригодность и надежность автоматизированного оборудования с электронными устройствами измерения температуры признаны промышленностью уже более десяти лет. Изготовители разработали надежные алгоритмы корректировки времени отклика (см. инструкции изготовителя по калибровке систем измерения температуры).

В.1.2 Процедура определения

Выбирают образец, представительный для обычно анализируемых продуктов, но не индивидуальное соединение, а любой продукт с узким интервалом выкипания или синтетическую смесь, содержащую менее пяти соединений. Убеждаются, что разность между температурами 5 % об. и 95 % об. отогнанного продукта составляет не менее 100 °С.

Примечание — Пригодны аттестованные стандартные образцы жидкостей (см. 8.2.4).

В.1.2.1 Выполняют перегонку с использованием автоматического аппарата с электронным устройством измерения температуры по методу, описанному в настоящем стандарте.

В.1.2.2 Заменяют электронное устройство измерения температуры соответствующим стеклянным ртутным термометром и повторяют перегонку, регистрируя вручную показания термометра при каждом проценте отгона соответственно продукту, как указано в 9.7 настоящего стандарта.

В.1.2.3 Для каждой процедуры вычисляют расхождение значений температуры при каждом наблюдаемом наклоне $\Delta C/\Delta V$. Это расхождение в любой точке должно быть менее или равно значению повторяемости настоящего метода в этой точке.

В.1.2.4 Если расхождение превышает значение повторяемости, настраивают электронное устройство измерения температуры и повторяют испытание до получения удовлетворительной согласованности результатов.

Приложение С
(обязательное)

Определение заданных показателей фракционного состава

С.1 Заданные показатели фракционного состава

С.1.1 Общие положения

В спецификациях на бензин, керосин и газойль установлены конкретные значения процентов выпаривания или отогнанного продукта в виде максимального или минимального значения или в виде диапазона при заданных значениях температуры. Они часто обозначены как «Exxx» или «Rxxx».

Примечание — Типичными заданными температурами являются E70, E100 и E180 для бензинов, R200 — для керосинов и R250 и R350 — для газойлей.

С.1.2 Проведение испытания

С.1.2.1 Вычисляют показания термометра, эквивалентные требуемым по 11.2 настоящего стандарта, с учетом наблюдаемого барометрического давления.

С.1.2.2 Выполняют перегонку по разделу 9 или 10 настоящего стандарта в диапазоне приблизительно на 10 °С ниже и 10 °С выше установленного значения температуры, вычисленного по С.1.2.1. Регистрируют температуру с интервалами отогнанного продукта не более 1 % об. Наблюдают и регистрируют объем отогнанного дистиллята, ближайший к точному значению температуры.

Если перегонку проводят только для определения «Rxxx», ее можно прекратить после получения не менее 2 см^3 дистиллята после достижения наивысшей заданной температуры.

С.1.3 Вычисления

Для определения значения «Exxx» наблюдаемый объем потерь прибавляют к наблюдаемому объему отогнанного продукта при скорректированном показании температуры или вблизи него. Получают значение при точной температуре арифметическим или графическим способом по 11.6 настоящего стандарта.

С.1.4 Прецизионность

Статистическое определение прецизионности установленных показателей фракционного состава при использовании ручного аппарата и установленных показателей фракционного состава для автоматического аппарата, кроме указанных в С.1.5, на основании «Exxx» или «Rxxx» не выполнялось. Эти значения можно вычислить на основе того, что они эквивалентны прецизионности измерения температуры, деленной на скорость изменения температуры, деленной на объем отогнанного продукта или выпаривания. Приведенный расчет становится менее точным при высоких значениях наклона. Эту зависимость вычисляют по формулам

$$r_V = \frac{r}{\Delta C / \Delta V}; \tag{C.1}$$

$$R_V = \frac{R}{\Delta C / \Delta V}, \tag{C.2}$$

где r_V — повторяемость определения объемного процента выпаривания или отогнанного продукта;

r — повторяемость определения температуры при заданной температуре, полученная по 13.2;

R_V — воспроизводимость определения объемного процента выпаривания или отогнанного продукта;

R — воспроизводимость определения температуры при заданной температуре, полученная по 13.3.

С.1.5 Воспроизводимость для некоторых топлив при использовании автоматического аппарата

С.1.5.1 Общие положения

По результатам межлабораторных испытаний образцов автомобильного бензина и дизельного топлива на автоматическом аппарате, проведенных в 2006 г., были получены следующие значения воспроизводимости для установленных температур и объемных процентов отогнанного продукта или выпаривания.

С.1.5.2 Воспроизводимость определения объемного процента отогнанного дизельного топлива при заданных температурах

Для R200, R250 и R350

R = 2,7 % об.,

где Rxxx — процент отогнанного продукта при значении температуры «xxx», °С.

С.1.5.3 Воспроизводимость определения бензина при заданных температурах

Для E70: R = 2,7 % об.;

для E100: R = 2,2 % об.;

для E150: R = 1,3 % об.;

для E180: R = 1,1 % об.

Дополнительные значения прецизионности определения объемного процента выпаривания при установленной температуре можно вычислить по формулам

$$r = 0{,}00836(150 - X); \quad \text{(С.3)}$$

$$R = 0{,}0200(150 - X), \quad \text{(С.4)}$$

где Exxx — процент выпаривания при установленном значении температуры «xxx», °С.

Приложение D
(справочное)

Примеры вычисления результатов испытания

D.1 Общие положения

D.1.1 В настоящем приложении приведен пример перегонки продукта группы 1, в результате которой были получены процент отгона 96,7 % об., процент остатка 0,8 % об. и процент потерь 2,5 % об. при барометрическом давлении 98,6 кПа. В таблице D.1 приведены показания термометра до и после корректировки.

Таблица D.1 — Измеренные и скорректированные данные

Показатель	Измеренное значение	Скорректированное значение
IBP, °C	27,1	27,8
2 % об. отогнано при температуре, °C	32,8	33,5
5 % об. отогнано при температуре, °C	38,7	39,5
10 % об. отогнано при температуре, °C	48,5	49,3
20 % об. отогнано при температуре, °C	61,9	62,7
30 % об. отогнано при температуре, °C	75,6	76,4
40 % об. отогнано при температуре, °C	91,4	92,3
50 % об. отогнано при температуре, °C	104,5	105,4
60 % об. отогнано при температуре, °C	118,7	119,7
70 % об. отогнано при температуре, °C	131,3	132,3
80 % об. отогнано при температуре, °C	148,8	149,8
90 % об. отогнано при температуре, °C	164,2	165,3
95 % об. отогнано при температуре, °C	183,5	184,6
FBP, °C	206,0	207,2
Процент отгона, % об.	96,7	97,2
Процент остатка, % об.	0,8	0,8
Процент потерь, % об.	2,5	2,0

D.1.2 Корректировка показаний термометра

Каждое показание термометра корректируют по формуле (2), приведенной в 11.2. Поправку вычисляют по формуле

$$T_C = 0{,}0009(101{,}3 - 98{,}6)(273 + t), \qquad (D.1)$$

где t — показание термометра, °C.

D.1.3 Корректировка процента потерь

Процент потерь корректируют по формуле (3), приведенной в 11.3:

$$L_C = 0{,}5 + \frac{2{,}5 - 0{,}5}{1 + 0{,}125(101{,}3 - 98{,}6)} = 0{,}5 + \frac{2{,}0}{1{,}34} = 2{,}0\ \%\ \text{об.} \qquad (D.2)$$

D.1.4 Корректировка процента отгона

Скорректированный процент отгона вычисляют по формуле (4), приведенной в 11.4:

$$R_c = 96,7 + (2,5 - 2,0) = 97,2 \text{ \% об.} \quad \text{(D.3)}$$

D.2 Перевод процента отогнанного продукта в процент выпаривания

Для преобразования значений скорректированных показаний термометра при конкретных процентах отогнанного продукта в соответствующий процент выпаривания используют формулу (6), приведенную в 11.6.

Пример преобразования для T_{50E} с использованием значений по таблице D.1:

$$T_{50E} = 92,3 + \frac{(119,7 - 92,3)(47,5 - 40,0)}{60,0 - 40,0}; \quad \text{(D.4)}$$

$$T_{50E} = 102,6 \text{ °C}.$$

Другие примеры:

5 % об. отогнано (7,5 % об. выпаривания) при 39,5 °C;

5 % об. выпаривания при 34,4 °C;

20 % об. отогнано (22,5 % об. выпаривания) при 62,7 °C;

20 % об. выпаривания при 59,5 °C;

90 % об. отогнано (92,5 % об. выпаривания) при 165,3 °C;

90 % об. выпаривания при 161,4 °C.

Примечание — Температуру начала кипения не корректировали, хотя согласно настоящему методу ее следовало скорректировать. Из-за изменчивости количества потерь низкокипящих веществ наклон кривой перегонки в точке начала кипения не является надежным средством для экстраполяции к 0 % об. выпаривания.

Если наклон кривой перегонки между двумя рассматриваемыми точками резко меняется, вышеуказанные оценки могут быть ошибочными. В таких случаях следует использовать графический способ, приведенный в 11.6, особенно для более высоких процентов отогнанного продукта.

D.3 Вычисление процента выпаривания при заданных температурах

D.3.1 Вычисление

Процент выпаривания можно легко вычислить, используя арифметический и графический способ по 11.6. При вычислениях корректируют измеренные показания термометра с учетом барометрического давления и заданных температур и интерполируют:

70,8 °C для 70 °C;

100,9 °C для 100 °C;

181,1 °C для 180 °C.

D.3.2 Прецизионность

При вычислении показателей прецизионности для указанных выше трех температур сначала для каждой определяют $\Delta C/\Delta V$ по формуле (7), приведенной в 13.1.

Для E70: $\Delta C/\Delta V$ = 0,1 (E32,5 – E22,5) = 0,1 (76,4 – 62,7) = 1,37.

Для E100: $\Delta C/\Delta V$ = 0,1 (E52,5 – E42,5) = 0,1 (105,4 – 92,3) = 1,31.

Для E180: $\Delta C/\Delta V$ = 0,2 (E97,5 – E92,5) = 0,2 (184,6 – 165,3) = 3,86.

Используют значения прецизионности, приведенные в таблице 6, для приблизительно 30 %, 50 % и 95 % отогнанного продукта и получают следующие значения:

$r_1$70 = 2,40, $R_1$70 = 4,37;

$r_1$100 = 2,73, $R_1$100 = 4,32;

$r_1$180 = 4,55, $R_1$180 = 8,69.

Используя формулы (C.1) и (C.2), приведенные в приложении C (пункт C.1.4), получают следующие показатели прецизионности:

*r*E70 = 2,40/1,37 = 1,75 % об., *R*E70 = 4,37/1,37 = 3,19 % об.;

*r*E100 = 2,37/1,31 = 1,81 % об., *R*E100 = 4,32/1,31 = 3,30 % об.;

*r*E180 = 4,55/3,86 = 1,18 % об., *R*E180 = 8,69/3,86 = 2,25 % об.

Приложение Е
(справочное)

Введение поправки на выступающий столбик

Е.1 При использовании электронного или другого датчика вместо стеклянного ртутного термометра без учета поправки на выступающий столбик корректируют выходные данные датчика или связанной системы данных на эту поправку. Усредненные формулы (Е.1) и (Е.2) получены на основании данных, представленных четырьмя изготовителями автоматического оборудования.

Е.1.1 Формулы (Е.1) и (Е.2) имеют ограниченное применение и приведены только для информации. Поправка электронного датчика и связанной системы данных на выступающий столбик также должна учитывать запаздывание во времени отклика, характерное для стеклянных ртутных термометров.

Е.2 При замене термометра низкого диапазона альтернативным датчиком при температуре ниже 20 °С поправку на выступающий столбик не применяют. При температуре выше 20 °С скорректированную температуру T_{elr}, °С, вычисляют по формуле

$$T_{elr} = T_t - 0{,}000162(T_t - 20)^2, \quad (E.1)$$

где T_t — истинная температура, °С.

Е.3 При замене термометра высокого диапазона альтернативным датчиком при температуре ниже 35 °С поправку на выступающий столбик не применяют. При температуре выше 35 °С скорректированную температуру T_{ehr}, °С, вычисляют по формуле

$$T_{ehr} = T_t - 0{,}000131(T_t - 35)^2. \quad (E.2)$$

где T_t — истинная температура, °С.

Приложение F
(справочное)

Примеры протоколов испытаний

В настоящем приложении приведены примеры протоколов испытаний с некоторыми пояснениями.

Форма протокола «Процент отогнанного продукта»

Дата:
Время:
Оператор:

Температура окружающей среды, °C	
Атмосферное давление, кПа	
Температура холодильника, °C	
Температура бани приемного цилиндра, °C	

Процент отогнанного продукта		Скорректированное значение температуры, °C	Время или скорость конденсации, $см^3$/мин
	IPB		
	5		
	10		
	15		
	20		
	25		
	30		
	35		
	40		
	45		
	50		
	55		
	60		
	65		
	70		
	75		
	80		
	85		
	90		
5 $см^3$ остатка			
	95		
FBP			

Процент отгона			
Процент остатка			
Общий процент отгона			
Процент потерь		Скорректированные потери	
Скорректированный процент отгона		Скорректированный общий процент отгона	

Примечания:

Температура окружающей среды в начале испытания

Атмосферное давление в начале испытания

Объем конденсата, наблюдаемый в приемном цилиндре в любой момент перегонки, в процентах от объема образца, связанный с единовременным значением температуры

Показания устройства измерения температуры, скорректированные на барометрическое давление 101,3 кПа

Образцы продуктов групп 1 – 3: от 5 до 10 мин. Образцы продуктов группы 4: от 5 до 15 мин

Образцы продуктов групп 1 и 2: от 60 до 100 с

Постоянная средняя скорость отгона от 5 % об. отогнанного продукта до 5 $см^3$ остатка в колбе составляет от 4 до 5 $см^3$/мин

Объем конденсата в приемном цилиндре при 5 $см^3$ жидкости в перегонной колбе

Объем конденсата в приемном цилиндре при температуре конца кипения

Объем остатка в колбе, в процентах от объема рбразца

Максимальный процент отогнанного продукта

Суммарный процент отгона и остатка в колбе

Время от 5 $см^3$ остатка в колбе до температуры конца кипения: ≤ 5 мин

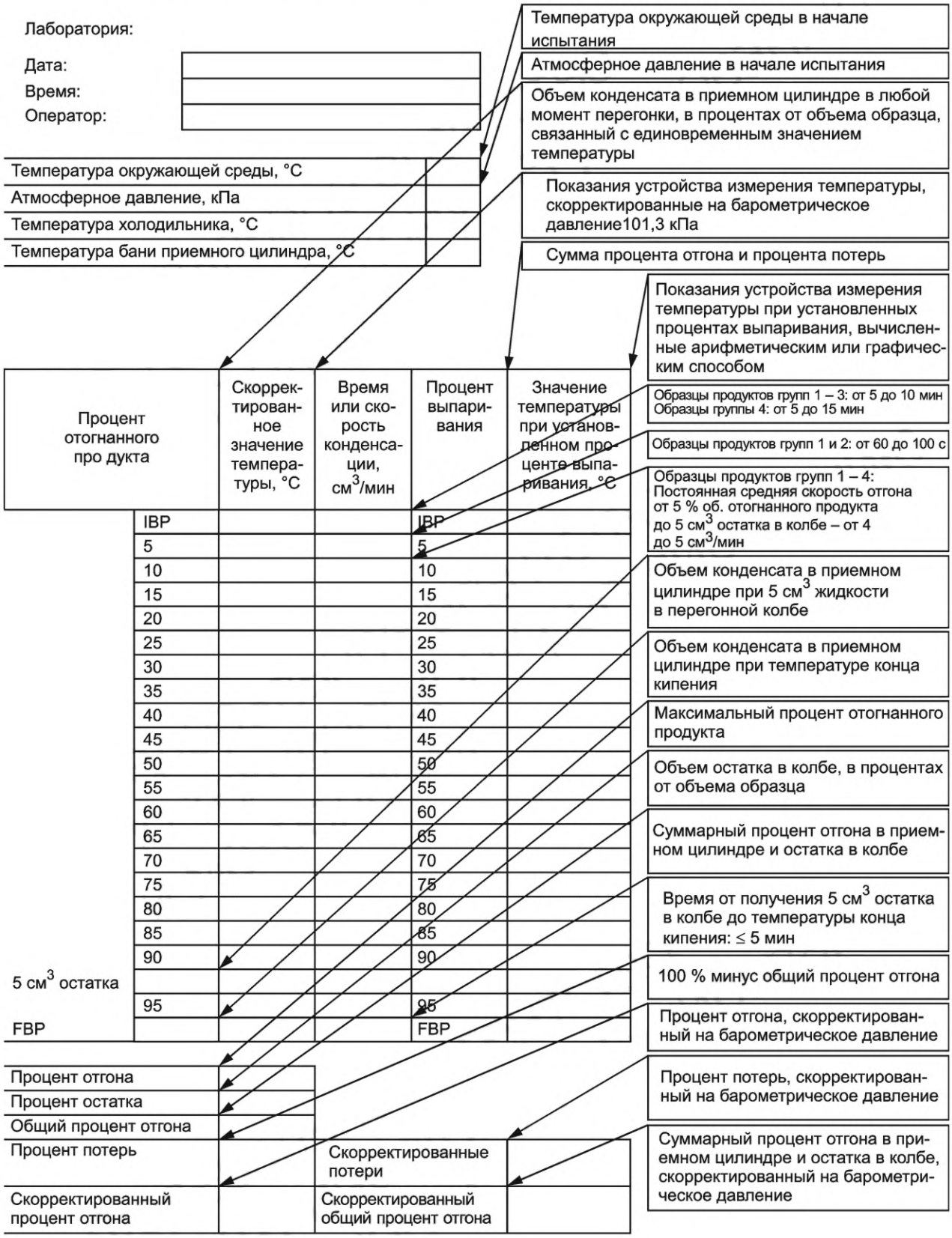
100 % минус общий процент отгона

Процент отгона, скорректированный на барометрическое давление

Процент потерь, скорректированный на барометрическое давление

Суммарный процент отгона и остатка в колбе, скорректированный на барометрическое давление

Форма отчета «Процент выпаривания»



Лаборатория:

Дата:

Время:

Оператор:

Температура окружающей среды, °С	
Атмосферное давление, кПа	
Температура холодильника, °С	
Температура бани приемного цилиндра, °С	

Процент отогнанного продукта		Скорректированное значение температуры, °С	Время или скорость конденсации, $см^3$/мин	Процент выпаривания	Значение температуры при установленном проценте выпаривания, °С
	IBP			IBP	
	5			5	
	10			10	
	15			15	
	20			20	
	25			25	
	30			30	
	35			35	
	40			40	
	45			45	
	50			50	
	55			55	
	60			60	
	65			65	
	70			70	
	75			75	
	80			80	
	85			85	
	90			90	
5 $см^3$ остатка					
	95			95	
FBP				FBP	

Процент отгона			
Процент остатка			
Общий процент отгона			
Процент потерь		Скорректированные потери	
Скорректированный процент отгона		Скорректированный общий процент отгона	

Примечания:

Температура окружающей среды в начале испытания

Атмосферное давление в начале испытания

Объем конденсата в приемном цилиндре в любой момент перегонки, в процентах от объема образца, связанный с единовременным значением температуры

Показания устройства измерения температуры, скорректированные на барометрическое давление101,3 кПа

Сумма процента отгона и процента потерь

Показания устройства измерения температуры при установленных процентах выпаривания, вычисленные арифметическим или графическим способом

Образцы продуктов групп 1 – 3: от 5 до 10 мин
Образцы группы 4: от 5 до 15 мин

Образцы продуктов групп 1 и 2: от 60 до 100 с

Образцы продуктов групп 1 – 4:
Постоянная средняя скорость отгона от 5 % об. отогнанного продукта до 5 $см^3$ остатка в колбе – от 4 до 5 $см^3$/мин

Объем конденсата в приемном цилиндре при 5 $см^3$ жидкости в перегонной колбе

Объем конденсата в приемном цилиндре при температуре конца кипения

Максимальный процент отогнанного продукта

Объем остатка в колбе, в процентах от объема образца

Суммарный процент отгона в приемном цилиндре и остатка в колбе

Время от получения 5 $см^3$ остатка в колбе до температуры конца кипения: ≤ 5 мин

100 % минус общий процент отгона

Процент отгона, скорректированный на барометрическое давление

Процент потерь, скорректированный на барометрическое давление

Суммарный процент отгона в приемном цилиндре и остатка в колбе, скорректированный на барометрическое давление

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 918	—	*
ISO 3170	—	*
ISO 3171	—	*
ISO 4788	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

Библиография

[1] ASTM D86 — Distillation of petroleum products and liquid fuels at atmospheric pressure (Перегонка нефтепродуктов и жидких топлив при атмосферном давлении)

[2] ASTM RR:D02-1580 — Research Report — Automated and Manual Bias (Исследовательский отчет. Смещение между автоматическим и ручным аппаратами)

[3] ISO 4259-1:2017 — Petroleum and related products — Precision of measurement methods and results — Part 1: Determination of precision data in relation to methods of test (Нефтепродукты и родственные продукты. Прецизионность методов и результатов испытаний. Часть 1. Определение данных прецизионности в отношении методов испытаний)

[4] ASTM RR:D02-1694 — Research Report — Automated and Manual Bias (Исследовательский отчет. Смещение между автоматическим и ручным аппаратами)

УДК 665.7:66.048.1:006.354 МКС 75.080 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, определение фракционного состава, атмосферное давление

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.10.2022. Подписано в печать 20.10.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,65. Уч.-изд. л. 4,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ ISO 3405—2022 Нефтепродукты. Определения фракционного состава при атмосферном давлении

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 9 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru