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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 15471— 2022

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение растворенного остатка методом высокотемпературной гравиметрии

(EN 15471:2017,
Liquefied petroleum gases — Determination of dissolved residues — High-temperature gravimetric method,
IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

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 Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 8 июня 2022 г. №152-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 апреля 2023 г. № 204-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 15471—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 мая 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 15471:2017 «Газы углеводородные сжиженные. Определение жидкого остатка. Метод высокотемпературной гравиметрии» («Liquefied petroleum gases — Determination of dissolved residues — High-temperature gravimetric method», IDT).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 19 «Газовые и жидкие топлива, смазочные материалы и относящиеся к ним нефтепродукты биологического или синтетического происхождения» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного европейского стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 3
8 Проведение испытания 3
9 Вычисления 5
10 Выражение результатов 5
11 Прецизионность 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов межгосударственным стандартам 6
Библиография 7

Введение

EN 15471:2017 разработан Техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 19 «Газовые и жидкие топлива, смазочные материалы и относящиеся к ним нефтепродукты биологического или синтетического происхождения» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Изменения последней версии европейского стандарта по сравнению с предыдущей версией заключаются в следующем:

a) были внесены многочисленные редакционные и технические изменения с целью доступности понимания текста;

b) разъяснение об отсутствии необходимости использования сушильного агента в эксикаторе;

c) уточненное описание используемого оборудования;

d) добавлено примечание к фильтрующим дискам (см. 6.3);

e) ссылка на ASTM D381 была заменена ссылкой на EN ISO 6246.

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

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение растворенного остатка методом высокотемпературной гравиметрии

Liquefied petroleum gases.
Determination of dissolved residues by high-temperature gravimetric method

Дата введения — 2023—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания растворенного остатка сжиженных углеводородных газов (СУГ) после выпаривания при температуре 105 °С с использованием оборудования для выпаривания струей, описанного в EN ISO 6246.

Диапазон определения содержания остатка — от 20 до 100 мг/кг. Более высокое содержание осадка определяют путем подбора массы отбираемой пробы.

Прецизионность данного метода установлена при содержании остатка от 20 до 100 мг/кг, полученного из пробы массой от 50 до 100 г.

Примечание — Применяемый в качестве альтернативного EN 15470 [1] устанавливает требования к методу газовой хроматографии.

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта несут ответственность за принятие соответствующих мер по обеспечению техники безопасности и здоровья персонала до его применения, а также за выполнение законодательных и нормативных требований.

2 Нормативные ссылки

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

EN ISO 4257, Liquefied petroleum gas — Method of sampling (ISO 4257) (Газы углеводородные сжиженные. Метод отбора проб)

EN ISO 6246, Petroleum products — Gum content of fuels — Jet evaporation method (ISO 6246) (Нефтепродукты. Содержание смол в топливе. Метод струйного выпаривания)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **сжиженный углеводородный газ;** СУГ (liquefied petroleum gas; LPG): Углеводородный газ, который может храниться и/или транспортироваться в жидкой фазе при умеренном давлении и температуре окружающей среды и который состоит преимущественно из пропана и бутанов с незначительным содержанием пропена, бутенов и пентанов/пентенов.

Издание официальное

4 Сущность метода

Отбирают пробу СУГ определенной массы и проводят выпаривание. Полученный концентрат переносят в стеклянный лабораторный стакан вместимостью 100 см^3, а затем выпаривают струей при заданных условиях температуры и скорости потока воздуха. Полученный маслянистый остаток охлаждают и взвешивают.

5 Реактивы*

5.1 ***н*-Гептан,** чистый для анализа.

5.2 Технический **2-пропанол** для охлаждающей бани.

5.3 Твердый **диоксид углерода** для охлаждающей бани.

5.4 **Воздух,** поток очищенного воздуха, подаваемого под давлением не более 34,5 кПа.

5.5 **2-Пропанон** (ацетон), чистый для анализа.

6 Оборудование*

6.1 **Контейнер для пробы** общей массой, соответствующей используемым весам (см. 6.9), предпочтительно из нержавеющей стали, с двумя не содержащими масел вентилями из нержавеющей стали, соответствующий требованиям EN ISO 4257.

6.2 **Держатель со встроенным фильтром,** из нержавеющей стали, предназначенный для использования под высоким давлением.

6.3 **Дисковые фильтры** в виде мембраны с номинальным размером пор 0,8 мкм.

Примечание — Данный метод позволяет провести определение общего количества растворенного остатка в СУГ; назначение дискового фильтра — удаление из пробы СУГ твердых частиц для предотвращения их попадания в растворенный остаток.

6.4 **Охлаждающий змеевик,** представляющий собой трубку из нержавеющей стали длиной 4 м, наружным диаметром 6 мм и внутренним диаметром 4 мм, в виде спирали диаметром около 50 мм, оснащенную необходимыми соединениями (см. обозначение 3 на рисунке 2).

6.5 **Охлаждающая баня,** представляющая собой сосуд Дьюара вместимостью 0,5—2 дм^3, заполненный 2-пропанолом (см. 5.2) и охлажденный твердым диоксидом углерода (см. 5.3) для поддержания температуры около минус 77 °С.

6.6 **Стеклянный лабораторный стакан** вместимостью 1 дм^3.

6.7 **Стеклянная палочка для регулирования процесса испарения** длиной около 28 см.

6.8 **Стеклянный лабораторный стакан** вместимостью 100 см^3.

6.9 **Весы** для взвешивания контейнера для пробы (см. 6.1) с наибольшим пределом взвешивания, соответствующим массе контейнера с пробой, с дискретностью взвешивания (ценой деления) не более 1 г.

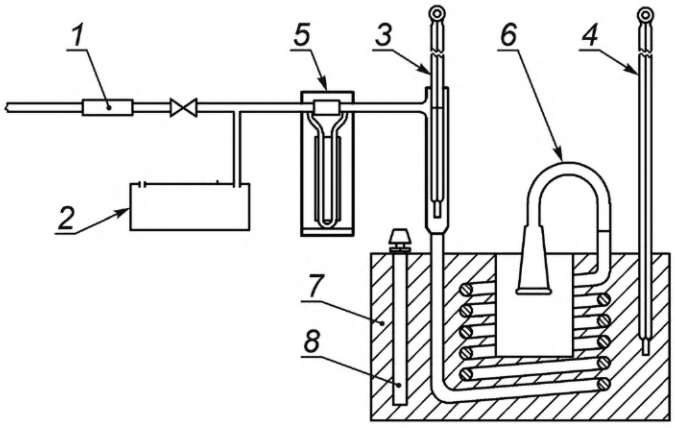
6.10 **Аналитические весы** с дискретностью взвешивания (ценой деления) не более 0,1 мг.

6.11 **Эксикатор** (сушильный агент не рекомендуется).

6.12 **Оборудование** для определения остатка путем выпаривания струей воздуха приведено на рисунке 1 (для дополнительной информации см. EN ISO 6246).

6.13 **Сушильный шкаф** статического типа (без принудительной циркуляции), во взрывобезопасном исполнении, с возможностью нагрева до (105 ± 5) °С.

* Допускается применять оборудование и средства измерения с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивы квалификации не ниже, чем указано в настоящем стандарте.



1 — подача сухого воздуха;
2 — подача сухого чистого пара;
3 — термометр и ячейка (при необходимости);
4 — термометр;
5 — указатель расхода;
6 — съемный держатель;
7 — нагревательный блок;
8 — терморегулятор

Рисунок 1 — Схема оборудования для определения растворенных остатков выпариванием струей воздуха

7 Отбор проб

Отбор проб осуществляют по EN ISO 4257 и/или в соответствии с требованиями других стандартов или правилами отбора проб СУГ.

8 Проведение испытания

8.1 Конструкция оборудования для отбора проб

Оборудование собирают, как показано на рисунке 2, и выполняют следующие инструкции:

a) нижний вентиль контейнера для пробы соединяют с держателем со встроенным фильтром (см. 6.2);

b) встроенный фильтр и охлаждающий змеевик промывают и заполняют СУГ;

c) закрывают нижний вентиль контейнера для пробы;

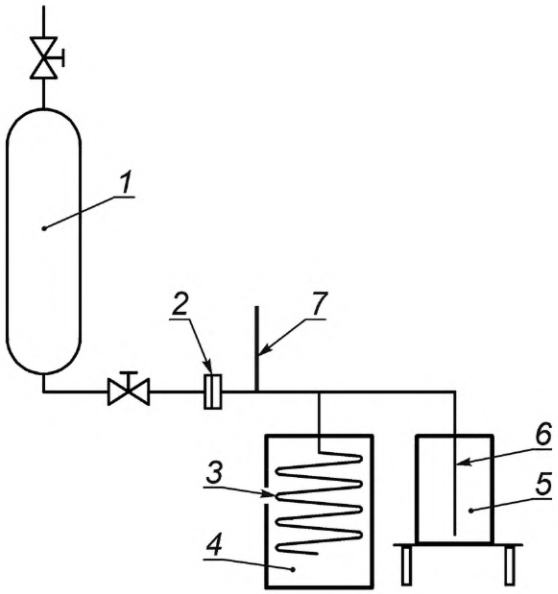
d) отсоединяют встроенный фильтр от контейнера для пробы и взвешивают контейнер для пробы с целью определения его массы m_1, г;

e) контейнер для пробы снова соединяют с промытыми встроенным фильтром и охлаждающим змеевиком;

f) устанавливают лабораторный стакан вместимостью 1 дм^3 (см. 6.6) и открывают нижний вентиль контейнера для пробы, обеспечивая равномерное поступление СУГ в стакан, пока масса пробы не составит приблизительно 250 г (что соответствует примерно 500 см^3);

g) закрывают нижний вентиль контейнера для пробы;

h) отсоединяют встроенный фильтр от контейнера для пробы и взвешивают контейнер для пробы еще раз с целью определения его массы после пробоотбора m_2, г.



1 — контейнер для пробы с двумя вентилями (см. 6.1);
2 — держатель со встроенным фильтром;
3 — охлаждающий змеевик из нержавеющей стали (см. 6.4);
4 — сосуд Дьюара, заполненный в соответствии с 6.5;
5 — лабораторный стакан вместимостью 1 дм^3 (см. 6.6);
6 — палочка для регулирования процесса испарения (см. 6.7);
7 — заземление

Рисунок 2 — Схема оборудования для отбора проб

Массу пробы m_s, г, вычисляют формуле (1):

$$m_s = m_1 - m_2. \quad (1)$$

8.2 Выпаривание пробы сжиженного углеводородного газа

Лабораторный стакан с пробой (см. 8.1) помещают во взрывобезопасный вытяжной шкаф. Пробу оставляют испаряться до тех пор, пока не прекратится видимое интенсивное испарение жидкости в стакане.

8.3 Выпаривание струей

Лабораторный стакан вместимостью 100 см^3 (см. 6.8) промывают/споласкивают ацетоном (см. 5.5) и дистиллированной водой, а затем сушат в течение 30 мин при температуре 105 °С.

При необходимости лабораторный стакан помещают в раствор мягкого моющего средства или для более тщательной очистки в раствор кислоты-окислителя. Через несколько часов стакан промывают дистиллированной водой и сушат.

После охлаждения данный лабораторный стакан вместимостью 100 см^3 помещают в эксикатор (см. 6.11) на 30 мин, а затем взвешивают с точностью до 0,1 мг для определения массы m_3. После выпаривания пробы дважды тщательно промывают стенки лабораторного стакана вместимостью 1 дм^3 (см. 6.6) приблизительно 20 см^3 *н*-гептана (см. 5.1) и переливают его содержимое в заранее подготовленный лабораторный стакан вместимостью 100 см^3. Помещают данный лабораторный стакан вместимостью 100 см^3 в выпарной струйный аппарат (см. 6.12), как показано на рисунке 1, и выпаривают содержимое в течение 30 мин при температуре 105 °С и скорости воздушного потока от 18 до 24 дм^3/мин. Вынимают лабораторный стакан из выпарного струйного аппарата, помещают в эксикатор и выдерживают в нем от 30 до 60 мин. Затем лабораторный стакан взвешивают с округлением результата до 0,1 мг для определения массы m_4. Разность между полученной массой и массой пустого лабораторного стакана равна массе m_r растворенного остатка, полученного в ходе испытания (см. формулу (2)).

$$m_r = m_4 - m_3, \quad (2)$$

где m_r — масса остатка, полученного в ходе испытания, мг;
m_3 — масса стакана вместимостью 100 см^3, мг;
m_4 — масса стакана вместимостью 100 см^3 с остатком, мг.

9 Вычисления

Содержание растворенного остатка пробы *ER* после выпаривания, мг/кг, вычисляют по следующей формуле (3):

$$ER = \frac{m_r}{m_s} \cdot 1000, \quad (3)$$

где m_r — масса остатка, полученного в ходе испытания, мг;
m_s — масса пробы сжиженного углеводородного газа, г.

10 Выражение результатов

Результат записывают с точностью до 1 мг/кг.

11 Прецизионность

11.1 Общие положения

Прецизионность настоящего метода, которая была установлена в ходе статистической обработки данных межлабораторных испытаний проб СУГ с содержанием растворенных остатков от 20 до 100 мг/кг и определена на основе статистического исследования результатов межлабораторных испытаний [2], выглядит следующим образом:

11.2 Повторяемость *r*

Расхождение между результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях испытания на идентичной пробе в течение продолжительного периода времени при обычном и правильном выполнении метода испытаний, только в одном случае из 20 может превышать значения, указанные в таблице 1 (см. таблицу 2 для дополнительной информации).

11.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичной пробе в течение продолжительного периода времени при правильном выполнении метода испытаний, только в одном случае из 20 может превышать значения, указанные в таблице 1 (см. таблицу 2 для дополнительной информации).

Таблица 1 — Повторяемость и воспроизводимость

r, мг/кг	*R*, мг/кг
$r = 0{,}081X + 4{,}25$ [a)]	$R = 0{,}204X + 10{,}7$ [a)]
[a)] X — среднее арифметическое двух сравниваемых результатов, мг/кг.	

Таблица 2 — Вычисленная прецизионность для разных уровней

Уровень, мг/кг	*r*, мг/кг	*R*, мг/кг
20	6	15
50	8	21
75	10	26
100	12	31

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN ISO 4257 (ISO 4257)	IDT	ГОСТ ISO 4257—2013 «Газы углеводородные сжиженные. Метод отбора проб» (ISO 4257:2001)
EN ISO 6246 (ISO 6246)	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] EN 15470, Liquefied petroleum gases — Determination of dissolved residues — High temperature — Gas chromatographic method (Газы углеводородные сжиженные. Определение растворенных остатков. Метод высокотемпературной газовой хроматографии)

[2] EN ISO 4259, Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test (ISO 4259) (Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания)

УДК 662.767.7:006.352 МКС 75.160.30 IDT

Ключевые слова: газы углеводородные сжиженные, определение растворенного остатка, высокотемпературная гравиметрия

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 07.04.2023. Подписано в печать 13.04.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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