ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ 1934-2015

Нефтепродукты

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

Нафтапрадукты

МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ФРАКЦЫЙНАГА САСТАВУ ПРЫ АТМАСФЕРНЫМ ЦІСКУ

(ASTM D86-12, IDT)

Издание официальное

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.7.014(083.74)(476) МКС 75.080 КП 03 IDT
Ключевые слова: дистилляты, перегонка, лабораторная перегонка, нефтепродукты

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 7 октября 2015 г. № 47

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D86-12 Standard Test Methods for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure (Стандартный метод определения фракционного состава нефтепродуктов при атмосферном давлении).

Стандарт ASTM разработан подкомитетом D02.08.0A по испаряемости технического комитета ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов ASTM, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

В стандарт внесены следующие редакционные изменения:

- наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100);
- нумерация сносок в настоящем стандарте изменена относительно нумерации их в стандарте ASTM в связи с исключением сноски 1.

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 3
5 Значение и применение метода 4
6 Оборудование и материалы 4
7 Отбор, хранение и кондиционирование проб 7
8 Подготовка оборудования 10
9 Калибровка 10
10 Проведение испытания 12
11 Обработка результатов 17
12 Протокол испытания 19
13 Прецизионность и смещение метода 20
Приложения А (обязательные) 23
Приложения Х (справочные) 33
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам 44

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

Нафтапрадукты
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ФРАКЦЫЙНАГА САСТАВУ ПРЫ АТМАСФЕРНЫМ ЦІСКУ

Petroleum products
Method for distillation at atmospheric pressure

Дата введения 2016-04-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения фракционного состава нефтепродуктов при атмосферном давлении с использованием лабораторной перегонной установки для светлых и легких дистиллятов, автомобильных топлив для двигателей с принудительным воспламенением, содержащих и не содержащих оксигенаты (см. примечание 1), авиационных топлив, топлив для турбореактивных двигателей, дизельных топлив, смесевых дизельных топлив с содержанием биотоплива до 20 %, судовых топлив, специальных нефтяных растворителей, нафты, уайт-спирита, керосинов и печных топлив. В настоящем стандарте единицы измерения «%» (V/V) применяются для обозначения объемной доли вещества.

Примечание 1 – Межлабораторное исследование было проведено в 2008 году с участием 11 различных лабораторий, предоставивших 15 наборов данных для 15 различных проб смесевых топлив, содержащих 25 % (V/V), 50 % (V/V) и 75 % (V/V) этанола. Результаты исследования показали, что пределы повторяемости для данных проб сопоставимы с опубликованными значениями повторяемости метода или находятся в пределах данных значений [за исключением значений температуры выкипания смесевых топлив с содержанием этанола 75 % (V/V)]. На основании результатов данного исследования было установлено, что настоящий метод может применяться для определения фракционного состава таких смесевых топлив, как Ed75 и Ed85 по ASTM D5798, а также других смесевых топлив с содержанием этанола более 10 % (V/V). Подтверждающие материалы приведены в ASTM RR:D02-1694 [1)].

1.2 Данный метод определения разработан для анализа дистиллятных топлив и не применим для топлив, содержащих значительные количества остаточных продуктов.

1.3 Настоящий метод испытания предусматривает использование как ручного, так и автоматического оборудования.

1.4 Если не указано иное, значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Значения, приведенные в скобках, являются справочными.

1.5 Предупреждение – Ртуть является опасным веществом и может вызывать нарушение работы центральной нервной системы, почек и печени. Ртуть или ее пары являются опасными для здоровья человека и могут оказывать корродирующее действие на материалы. Обращаться с ртутью и ртутьсодержащими продуктами следует с осторожностью. Дополнительную информацию можно найти в паспорте безопасности материала (MSDS). Следует отметить, что продажа ртути и ртутьсодержащих продуктов может быть запрещена.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты.

2.2 Стандарты ASTM [2)]:

ASTM D97-12 Стандартный метод определения температуры текучести нефтепродуктов

ASTM D323-15 Стандартный метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (метод Рейда)

[1)] Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1694.

[2)] Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM gost.e-ecolog.ru олучить в службе работы с потребителями по адресу gost.e-ecolog.ru нформацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

ASTM D4057-12 Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную

ASTM D4175-15a Стандартные термины и определения, касающиеся нефти, нефтепродуктов и смазочных материалов

ASTM D4177-95 (2010) Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов

ASTM D4953-06 (2012) Стандартный метод определения давления насыщенных паров бензинов и смесей бензина с оксигенатами (сухой метод)

ASTM D5190-07 Стандартный метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (автоматический метод)

ASTM D5191-13 Стандартный метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (мини-метод)

ASTM D5798-14 Технические требования к смесевым топливам, содержащим этанол, для двигателей с искровым зажиганием и гибким выбором топлива

ASTM D5842-14 Практическое руководство по отбору проб топлив и обращению с ними при определении летучести

ASTM D5949-14 Стандартный метод определения температуры текучести (автоматический метод автоматического импульсного воздействия)

ASTM D5950-14 Стандартный метод определения температуры текучести (метод автоматического наклона)

ASTM D5985-02 (2014) Стандартный метод определения температуры текучести (метод вращения)

ASTM D6300-14ae1 Руководство по определению показателей точности и отклонения методов испытания нефтепродуктов и смазочных материалов

ASTM D6708-13e1 Руководство по статистической оценке и улучшению ожидаемой согласованности результатов двух методов определения одного и того же показателя материала

ASTM E1-14 Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM

ASTM E77-14 Стандартный метод контроля и поверки термометров

ASTM E1272-02 (2012) Технические требования к лабораторным стеклянным градуированным цилиндрам

ASTM E1405-98 (2010) Технические требования к лабораторным стеклянным колбам для перегонки

2.3 Стандарты Института энергии [3]:

IP 69:2001 (2008) Определение давления насыщенных паров. Метод Рейда

IP 123:2001 Нефтепродукты. Определение фракционного состава

IP 394:2008 Определение давления насыщенных воздухом паров

IP Стандартные методы анализа и испытания нефти и родственных продуктов, 1996 (приложение А)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 расщепление углеводородов (decomposition of a hydrocarbon): Пиролиз или крекинг молекул продукта, сопровождающийся образованием продуктов, состоящих из молекул меньшего размера и имеющих более низкие, чем исходный продукт, температуры кипения.

3.1.2 температура расщепления (decomposition point): Скорректированное показание термометра в момент первого появления признаков термического расщепления пробы.

3.1.3 температура конца кипения (dry point): Скорректированное показание термометра, наблюдаемое в момент испарения последней капли жидкости со дна колбы для перегонки.

3.1.4 динамическая задержка (dynamic holdup): Количество продукта, находящегося в горле колбы, боковом отростке колбы и в трубке холодильника во время перегонки.

3.1.5 эффект выступающего столбика ртути (emergent stem effect): Отклонение показания термометра, связанное с использованием стеклянного ртутного термометра полного погружения в состоянии частичного погружения.

3.1.5.1 В состоянии частичного погружения выступающая наружу часть ртутного столбика находится при более низкой температуре, чем погруженная часть, что приводит к сжатию ртутного столбика и заниженному показанию термометра.

3.1.6 температура выкипания (end point, EP или final boiling point, FBP): Максимальное скорректированное показание термометра во время испытания.

---

[3] Можно получить в Институте энергии по адресу: 61 New Cavendish St., London, WiG 7AR, U.K.,

gost.e-ecolog.ru

3.1.6.1 Данное показание обычно наблюдают после испарения всей жидкости со дна колбы. Термин «максимальная температура» является часто используемым синонимом данного термина.

3.1.7 внешние потери (front end loss): Потери в результате испарения продукта при его перемещении из цилиндра-приемника в колбу для перегонки, потери паров во время перегонки, а также несконденсированный пар в колбе после окончания перегонки.

3.1.8 топливный этанол (Ed75–Ed85) (fuel ethanol): Смесь этанола и углеводородного топлива, в которой объемная доля этанольного компонента в виде денатурированного топливного этанола составляет от 75 % до 85 %.

[ASTM D4175]

3.1.9 температура начала кипения (initial boiling point, IBP): Скорректированное показание термометра, наблюдаемое в момент падения первой капли конденсата с нижнего конца трубки холодильника.

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

3.1.10.1 процент потерь (percent loss или observed loss): Разность между 100 и процентом общего отгона.

3.1.10.2 скорректированные потери (corrected loss): Процент потерь, скорректированный на барометрическое давление.

3.1.11 процент отогнанного продукта (percent recovered): Объем собранного конденсата по отношению к количеству испытуемой пробы.

3.1.11.1 процент отгона (percent recovery): Максимальный процент отогнанного продукта по отношению к количеству испытуемой пробы.

3.1.11.2 скорректированный процент отгона (corrected percent recovery): Процент отгона с учетом скорректированного процента потерь.

3.1.11.2 процент общего отгона (percent total recovery): Сумма процентов отгона и остатка.

3.1.12 процент остатка (percent residue): Объем остатка в колбе по отношению к количеству испытуемой пробы.

3.1.13 скорость изменения (rate of change) или **угол наклона** (slope): Изменение температуры при изменении объемов выпаривания или отогнанного продукта на один процент согласно 13.2.

3.1.14 испытуемая проба (sample charge): Часть пробы, используемая для проведения испытания.

3.1.15 запаздывание температуры (temperature lag): Отклонение значения температуры, полученного с помощью устройства измерения температуры, от истинного значения в данный момент времени.

3.1.16 устройство измерения температуры (temperature measurement device): Термометр в соответствии с 6.3.1 или датчик температуры в соответствии с 6.3.2.

3.1.16.1 значение температуры (temperature reading): Температура, полученная с использованием устройства или системы измерения температуры, равная показанию термометра в соответствии с 3.1.16.3.

3.1.16.2 скорректированное значение температуры (corrected temperature reading): Значение температуры в соответствии с 3.1.18, скорректированное на барометрическое давление.

3.1.16.3 показание термометра (thermometer reading или thermometer result): Температура насыщенных паров, измеренная с использованием указанного выше термометра в горле колбы ниже пароотводной трубки в условиях испытания.

3.1.16.4 скорректированное показание термометра (corrected thermometer reading): Показание термометра в соответствии с 3.1.16.3, скорректированное на барометрическое давление.

4 Сущность метода

4.1 В зависимости от состава, давления насыщенных паров, предполагаемой температуры начала кипения (IBP) или температуры выкипания (EP) или от сочетания указанных характеристик пробу продукта относят к одной из четырех групп. Сборка оборудования, температура холодильника и другие условия проведения испытания определяются группой, в которую попадает проба продукта.

4.2 Часть испытуемой пробы объемом 100 $см^3$ перегоняется в условиях, установленных для группы, в которую она попадает. Перегонку проводят на лабораторной установке при атмосферном давлении в условиях, обеспечивающих фракционирование приблизительно на одной теоретической тарелке. Периодически (в зависимости от необходимых пользователю данных) проводят снятие показаний термометра и объема конденсата. Также записывают объем остатка и потери.

4.3 После окончания перегонки отмеченные значения температуры паров могут быть скорректированы на барометрическое давление, после чего данные проверяются на соответствие требованиям к проведению испытания, например к скорости перегонки. При несоблюдении какого-либо заданного условия испытание повторяют.

4.4 Результаты испытания обычно представляют как процент выпаривания или процент отогнанного продукта при соответствующей температуре в виде таблицы или графически в виде точек на кривой перегонки.

5 Значение и применение метода

5.1 Метод определения диапазона кипения нефтепродукта путем перегонки используется с начала существования нефтяной промышленности. Данный метод является одним из первых методов испытания, находящихся под юрисдикцией Комитета ASTM D02, и известен с того времени, когда он еще назывался разгонкой по Энглеру. Поскольку метод испытания используется в течение такого продолжительного периода времени, существует огромное количество баз статистических данных для оценки зависимости эксплуатационных свойств продуктов от их типа и способа применения.

5.2 Фракционный состав (летучесть) оказывает значительное влияние на безопасность и эксплуатационные свойства углеводородов, особенно топлив и растворителей. Диапазон кипения дает информацию о составе, свойствах и поведении топлив при хранении и применении. Летучесть является главным фактором, характеризующим склонность смеси углеводородов к образованию потенциально взрывоопасных паров.

5.3 Фракционный состав является наиболее важным показателем для автомобильных и авиационных бензинов, влияющим на запуск, прогревание двигателя и склонность к образованию в нем паровых пробок во время эксплуатации при высокой температуре и/или на большой высоте. Присутствие высококипящих компонентов в указанных или других топливах может оказывать значительное влияние на степень образования отложений продуктов сгорания.

5.4 Летучесть, влияющая на скорость испарения, является важным показателем при применении многих растворителей и особенно тех из них, которые используются в красках.

5.5 Пределы перегонки указывают в технических условиях на нефтепродукты, в торговых контрактных соглашениях, в заявках на переработку/контроль, а также для подтверждения соответствия установленным нормам.

6 Оборудование и материалы

6.1 Основные элементы перегонной установки

6.1.1 Основными элементами перегонной установки являются: колба для перегонки, холодильник, соединенный с охлаждающей баней, металлический кожух для колбы, источник нагревания, подставка для колбы, устройство измерения температуры и цилиндр-приемник для сбора дистиллята.

6.1.2 На рисунках 1 и 2 приведены примеры ручных перегонных установок.

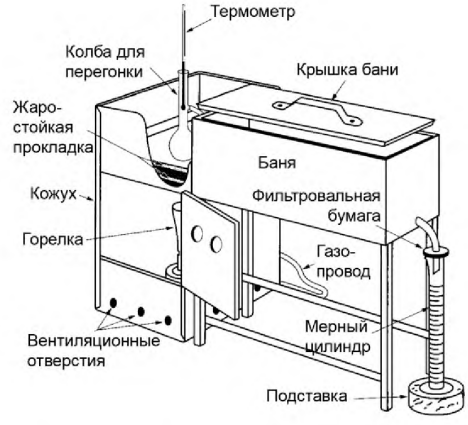
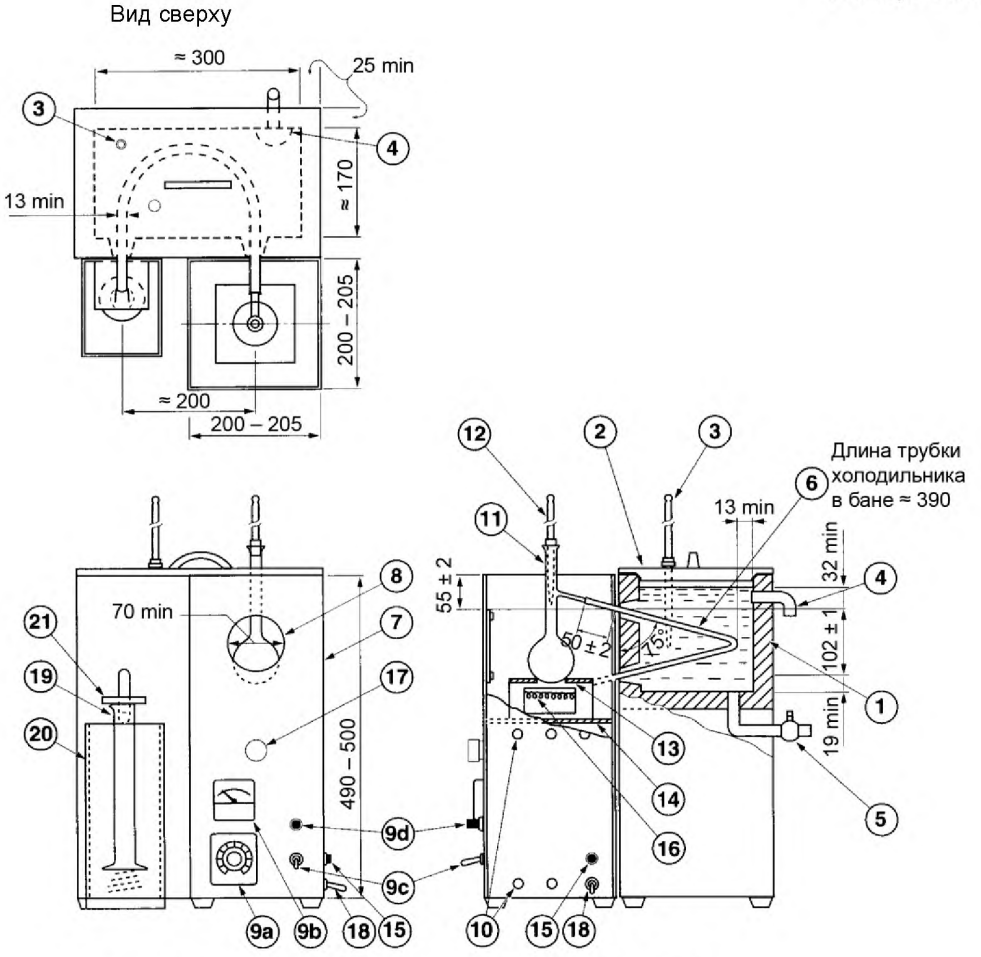


Рисунок 1 – Установка с газовой горелкой в собранном виде

Размеры в миллиметрах



1 – баня для холодильника; 2 – крышка бани; 3 – датчик температуры бани; 4 – переливная труба бани; 5 – спускная труба бани; 6 – трубка холодильника; 7 – кожух; 8 – смотровое окно; 9a – регулятор напряжения; 9b – вольтметр или амперметр; 9c – выключатель электропитания; 9d – световой индикатор питания; 10 – вентиляционное отверстие; 11 – колба для перегонки; 12 – датчик температуры; 13 – подставка для колбы; 14 – платформа для колбы; 15 – заземление; 16 – электрический нагреватель; 17 – рукоятка для регулировки уровня платформы; 18 – провод электропитания; 19 – цилиндр-приемник; 20 – охлаждающая баня для приемника; 21 – крышка приемника

Рисунок 2 – Установка с электрическим нагревателем в собранном виде

6.1.3 Кроме основных элементов, указанных в 6.1.1, автоматические установки также комплектуются системой для измерения и автоматической записи температуры и соответствующего ей объема отогнанного продукта в цилиндре-приемнике.

6.2 Подробное описание оборудования приведено в приложении А2.

6.3 Устройства измерения температуры

6.3.1 Стеклянные ртутные термометры (при их использовании) должны быть заполнены инертным газом и иметь шкалу, нанесенную на наружную поверхность капиллярной трубки жаростойкой эмалью. Термометры должны соответствовать требованиям, установленным в ASTM E 1 и/или IP «Стандартные методы анализа и испытания нефти и родственных продуктов, 1996» (приложение А). Термометры с узким диапазоном измерения должны соответствовать требованиям, установленным для термометров ASTM 7C/IP 5C и ASTM 7F, термометры с широким диапазоном измерения – требованиям, установленным для термометров ASTM 8C/IP 6C и ASTM 8F.

6.3.1.1 Термометры, которые в течение продолжительного периода времени подвергались воздействию температуры, превышающей 370 °С, не должны использоваться повторно без проверки точки плавления льда или проверки в соответствии с ASTM E 1 или ASTM E 77.

Примечание 2 – При показании термометра 370 °С температура резервуара приближается к критической температуре стекла и калибровка термометра может быть нарушена.

6.3.2 Системы измерения температуры, отличающиеся от указанных в 6.3.1, могут применяться в настоящем методе испытания при условии, что они имеют такие же запаздывание температуры, эффект выступающего столбика и точность, как и эквивалентные стеклянные ртутные термометры.

6.3.2.1 В используемых электронных схемах и/или алгоритмах должна быть предусмотрена возможность имитации запаздывания температуры, характерного для стеклянного ртутного термометра.

6.3.2.2 Альтернативно датчик можно поместить в корпус и закрыть термочувствительный элемент таким образом, чтобы вся конструкция вследствие заданной для нее термической массы и теплопроводности имела схожее со стеклянным ртутным термометром запаздывание температуры.

Примечание 3 – В диапазоне, в котором изменение температуры во время перегонки происходит быстро, запаздывание температуры может достигать 3 с.

6.3.3 В случае возникновения разногласий должен применяться метод испытания с использованием указанного стеклянного ртутного термометра.

6.4 Устройство для центрирования датчика температуры

6.4.1 Датчик температуры должен быть установлен через плотно прилегающее устройство, сконструированное для механического центрирования датчика в горле колбы без пропускания пара. Примеры устройств для центрирования приведены на рисунках 3 и 4. (**Предупреждение** – Для этих целей не допускается использовать обычную пробку с просверленным в центре отверстием).

Примечание 4 – Допускается использовать другие устройства для центрирования при условии, что они обеспечивают расположение и удержание устройства измерения температуры в соответствующей позиции в горле колбы для перегонки, как это показано на рисунке 5 и описано в 10.5.

Примечание 5 – При проведении испытания с использованием ручного оборудования показания для продуктов с низкой температурой начала кипения могут быть скрыты устройством для центрирования. См. также 10.14.3.1.

6.5 Автоматическое оборудование, изготовленное в 1999 году и позже, должно быть оснащено устройством автоматического отключения питания установки и распыления инертного газа или пара в камере в месте установки колбы в случае возникновения пожара.

Примечание 6 – Причиной пожара могут быть: разрыв колбы для перегонки, электрическое замыкание, пенообразование и разбрызгивание жидкой пробы через верхнее отверстие колбы.

6.6 Барометр

Устройство измерения давления, обеспечивающее измерение локального давления с точностью до 0,1 кПа (1 мм рт. ст.) или более высокой точностью на высоте над уровнем моря, на которой расположено оборудование в лаборатории. (**Предупреждение** – Не допускается снимать показания обычных барометров-анероидов, например используемых на метеостанциях и в аэропортах, поскольку они изначально откорректированы на снятие показаний относительно уровня моря).

Размеры в миллиметрах

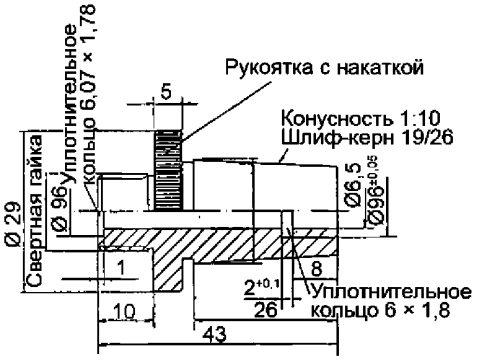


Рисунок 3 – Устройство центрирования из политетрафторэтилена (ПТФЭ) для стеклянного шлифа

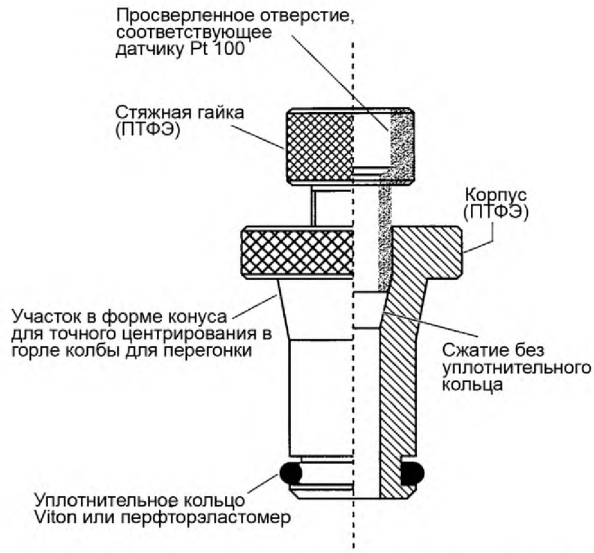


Рисунок 4 – Пример устройства центрирования для колб с цилиндрическим горлом

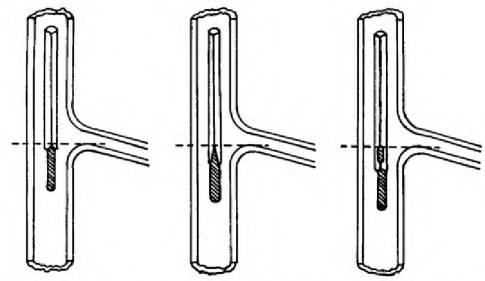


Рисунок 5 – Положение термометра в колбе для перегонки

7 Отбор, хранение и кондиционирование проб

7.1 Определяют, к какой группе по характеристикам относится проба испытуемого продукта (см. таблицу 1).

Таблица 1 – Характеристики групп

Характеристика продукта	Группа 1	Группа 2	Группа 3	Группа 4
Давление насыщенных паров при:				
– 37,8 °C, кПа	≥ 65,5	< 65,5	< 65,5	< 65,5
– 100 °F, фунт на квадратный дюйм	≥ 9,5	< 9,5	< 9,5	< 9,5
(методы испытания по ASTM D323, ASTM D4953, ASTM D5190, ASTM D5191, ASTM D5482, IP 69 или IP 394)				
IBP, °C	–	–	≤ 100	> 100
°F	–	–	≤ 212	> 212
IP, °C	≤ 250	≤ 250	> 250	> 250
°F	≤ 482	≤ 482	> 482	> 482

7.2 Отбор проб

7.2.1 Отбор проб проводят в соответствии с ASTM D 4057 или ASTM D 4177 и в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Отбор, хранение и кондиционирование проб

	Группа 1	Группа 2	Группа 3	Группа 4
Температура сосуда для пробы, °C °F	< 10 < 50	– –	– –	– –
Температура пробы при хранении, °C °F	< 10[A] < 50[A]	< 10 < 50	Температура окружающей среды	Температура окружающей среды
Температура пробы после ее кондиционирования перед проведением испытания, °C °F	< 10[B] < 50	< 10[B] < 50	Температура окружающей среды или температура, превышающая на 9 °C – 21 °C температуру текучести[C] Температура окружающей среды или температура, превышающая на 48 °F – 70 °F температуру текучести[C]	
Если проба содержит воду	Проводят отбор новой пробы	Проводят отбор новой пробы	Удаляют воду в соответствии с 7.5.3	Удаляют воду в соответствии с 7.5.3
Если новая проба по-прежнему содержит воду[D]	Удаляют воду в соответствии с 7.5.2		–	–

[A] В определенных случаях пробы можно хранить при температуре ниже 20 °C (68 °F). См. также 7.3.2 и 7.3.3.
[B] Если испытание пробы необходимо провести сразу же и температура пробы уже соответствует установленному значению согласно таблице 3, см. 7.4.1.1.
[C] Если проба при температуре окружающей среды является твердой (полутвердой), см. также 10.3.1.1.
[D] Если известно, что проба содержит воду, отбор новой пробы можно не проводить. Воду удаляют в соответствии с 7.5.2 и 7.5.3.

7.2.1.1 Группа 1

Поддерживают температуру сосуда для пробы ниже 10 °C предпочтительно путем заполнения его порцией холодной пробы и сливанием предыдущей порции пробы. Если это невозможно (например, когда продукт, пробу которого отбирают, имеет температуру окружающей среды), то сосуд, предварительно охлажденный до температуры ниже 10 °C, следует заполнить пробой таким образом, чтобы ее перемешивание было минимальным. Сосуд сразу же плотно укупоривают. (**Предупреждение –** Не допускается заполнять доверху и герметично укупоривать холодный сосуд с пробой из-за высокой вероятности разрыва при нагревании).

7.2.1.2 Группы 2, 3 и 4

Пробу отбирают при температуре окружающей среды. Сразу же после отбора сосуд с пробой плотно укупоривают.

7.2.1.3 Если проба, доставленная в испытательную лабораторию, была отобрана другими лицами и неизвестно, каким способом был проведен отбор пробы, следует считать, что отбор пробы был проведен в соответствии с 7.2.

7.3 Хранение пробы

7.3.1 Если испытание сразу же после отбора пробы не проводят, пробы следует хранить в соответствии с 7.3.2, 7.3.3 и таблицей 2. Все пробы необходимо хранить вдали от прямых солнечных лучей или источников нагревания.

7.3.2 Группа 1

Пробу хранят при температуре ниже 10 °C.

Примечание 7 – При отсутствии условий, обеспечивающих хранение пробы при температуре ниже 10 °C, пробу можно также хранить при температуре ниже 20 °C при условии герметичного укупоривания оператором сосуда с пробой.

7.3.3 Группа 2

Пробу хранят при температуре ниже 10 °С.

Примечание 8 – При отсутствии условий, обеспечивающих хранение пробы при температуре ниже 10 °С, пробу можно также хранить при температуре ниже 20 °С при условии герметичного укупоривания оператором сосуда с пробой.

7.3.4 Группы 3 и 4

Пробу хранят при температуре окружающей среды или более низкой температуре.

7.4 Кондиционирование пробы перед проведением испытания

7.4.1 Перед открытием сосуда пробы должны быть доведены до температуры, указанной в таблице 2.

7.4.1.1 Группы 1 и 2

Перед открытием сосуда пробы должны быть доведены до температуры, не превышающей 10 °С (50 °F), за исключением случаев, когда испытание пробы необходимо провести сразу же и температура пробы уже соответствует установленному значению согласно таблице 3.

Таблица 3 – Подготовка проб и оборудования

	Группа 1	Группа 2	Группа 3	Группа 4
Вместимость колбы, мл	125	125	125	125
Термометр ASTM для перегонки	7 C (7 F)	7 C (7 F)	7 C (7 F)	8 C (8 F)
Диапазон измерения термометра IP для перегонки	Узкий	Узкий	Узкий	Широкий
Подставка для колбы – диаметр отверстия, мм	B 38	B 38	C 50	C 50
Температура в начале испытания – колбы, ºC ºF – подставки для колбы и кожуха	 13–18 55–65 Не выше температуры окружающей среды	 13–18 55–65 Не выше температуры окружающей среды	 13–18 55–65 Не выше температуры окружающей среды	 Не выше температуры окружающей среды -
– цилиндра-приемника и испытуемой пробы объемом 100 мл, º C º F	13–18 55–65	13–18 55–65	13–18[A] 55–65[A]	13 – температура окружающей среды[A] 55 – температура окружающей среды[A]
[A] Информация об исключениях приведена в 10.3.1.1.				

7.4.1.2 Группы 3 и 4

Если проба не является жидкой при температуре окружающей среды, то перед проведением испытания ее необходимо нагреть до температуры, которая на 9 °С – 21 °С превышает ее температуру текучести (определенную по ASTM D97, ASTM D5949 или ASTM D5985). Если проба при хранении частично или полностью застывает, для обеспечения ее однородности сосуд с пробой перед открытием следует тщательно встряхнуть.

7.4.1.3 Если проба не является жидкой при комнатной температуре, температуры, указанные в таблице 2 для колбы и пробы, не применяются.

7.5 Пробы, содержащие воду

7.5.1 Пробы продуктов с видимым содержанием воды для испытания не пригодны. Если проба содержит воду, берут другую пробу, не содержащую взвешенную воду.

7.5.2 Группы 1 и 2

Если такую пробу невозможно отобрать, взвешенную воду можно удалить выдерживанием пробы при температуре от 0 °С до 10 °С, добавлением приблизительно 10 г безводного сульфата натрия на 100 мл пробы и встряхиванием смеси в течение приблизительно 2 мин. После этого смеси дают отстояться в течение приблизительно 15 мин. При отсутствии видимых признаков воды в пробе для испытания используют декантированную часть пробы, поддерживаемую при температуре от 1 °С до 10 °С. В протоколе испытания указывают, что проба была обезвожена путем добавления влагопоглотителя.

Примечание 7 – Взвешенную воду в мутных пробах группы 1 и 2 можно удалить добавлением безводного сульфата натрия и отделением жидкой пробы от осушителя декантацией, не оказывая при этом согласно статистическим данным влияния на результаты испытания [4)].

7.5.3 Группы 3 и 4

В тех случаях, когда отобрать безводную пробу практически невозможно, взвешенную воду можно удалить встряхиванием пробы с безводным сульфатом натрия или другим подходящим осушителем и последующим отделением пробы от осушителя декантацией. В протоколе испытания указывают, что проба была обезвожена путем добавления влагопоглотителя.

8 Подготовка оборудования

8.1 Подготавливают оборудование согласно таблице 3, выбрав соответствующие определенной группе колбу для перегонки, устройство измерения температуры и подставку для колбы. Доводят температуру цилиндра-приемника, колбы и бани для холодильника до указанной температуры.

8.2 Обеспечивают все необходимые условия для поддержания требуемых температур бани для холодильника и цилиндра-приемника. Цилиндр-приемник должен быть расположен в бане таким образом, чтобы уровень жидкости в ней находился не ниже отметки в 100 мл или цилиндр-приемник был полностью помещен в камеру с воздушной циркуляцией.

8.2.1 Группы 1, 2 и 3

Подходящей средой бань для поддержания низких температур являются (но не ограничиваются ими) дробленые лед и вода, охлажденные соляной раствор и этиленгликоль.

8.2.2 Группа 4

Подходящей средой бань для поддержания высоких температур и температуры окружающей среды являются (но не ограничиваются ими) горячая вода, холодная вода, нагретый этиленгликоль.

8.3 Удаляют остатки жидкости из трубки холодильника, протирая ее куском мягкой ткани без ворса, прикрепленной к жгуту или проволоке.

9 Калибровка

9.1 Система измерения температуры

Системы измерения температуры, использующие термометры, отличающиеся от установленных стеклянных ртутных термометров, должны иметь такие же запаздывание температуры, эффект выступающего столбика ртути и точность, как и у эквивалентного стеклянного ртутного термометра. Проверка калибровки данных систем измерения температуры должна осуществляться не реже чем через каждые шесть месяцев, а также после замены или ремонта оборудования.

9.1.1 Точность и калибровка электронных схем и/или компьютерных алгоритмов должны проверяться с использованием стандартного стенда измерения точного сопротивления. При проведении данной проверки не должны использоваться алгоритмы для коррекции запаздывания температуры и эффекта выступающего столбика ртути (см. инструкцию изготовителя).

9.1.2 Проверку калибровки устройства измерения температуры проводят путем перегонки толуола в условиях, заданных для продуктов группы 1 настоящего метода испытания, и сравнением температуры, соответствующей 50 % отогнанного продукта, с температурой, приведенной в таблице 4 [5)].

[4)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR: D02-1455.

[5)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR: D02-1580.

Таблица 4 – Действительные, минимальные и максимальные значения температуры кипения, °С[A], соответствующие 50 % отогнанного продукта

		Ручной метод		Автоматический метод	
		Минимальная температура кипения	Максимальная температура кипения	Минимальная температура кипения	Максимальная температура кипения
Толуол	Действительное значение температуры кипения по ASTM/IP	Группы 1, 2 и 3			
	110,6	105,9	111,8	108,5	109,7
Гексадекан	Действительное значение температуры кипения по ASTM/IP	Группа 4			
	287,0	272,2	283,1	277,0	280,0

[A] Температуры кипения, определенные ручным и автоматическим методом, приведенные в данной таблице, являются значениями с доверительной вероятностью 95 % для 99 % проанализированных продуктов. Предполагаемое отклонение приблизительно равно 3σ (σ – среднеквадратическое отклонение). Сведения о значениях, приведенных в таблице, содержатся в исследовательском отчете RR:D02-1580.

9.1.2.1 Если значения температуры не соответствуют значениям, приведенным в таблице 4 для используемого оборудования (см. примечание 11 и таблицу 4), систему измерения температуры следует считать неисправной и ее использование для испытания не допускается.

Примечание 10 – Толуол используется в качестве контрольной жидкости для проверки калибровки; он практически не дает информации о том, насколько хорошо электронная система измерения моделирует запаздывание температуры стеклянных жидкостных термометров.

9.1.2.2 Следует использовать химически чистые толуол и гексадекан (цетан), соответствующие требованиям технических условий Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества [6)]. Допускается использовать реактивы другой степени чистоты, если предварительно установлено, что степень чистоты данных реактивов достаточно высокая и при их использовании не уменьшается точность определения.

Примечание 11 – В справочных руководствах температуры кипения толуола и гексадекана при 101,3 кПа указываются равными 110,6 °С и 287,0 °С соответственно при измерении с использованием термометра частичного погружения. Поскольку в настоящем методе испытания используются термометры, калиброванные на полное погружение, результаты, как правило, будут занижены и в зависимости от термометра и конкретной ситуации могут различаться для каждого термометра.

9.1.3 Процедура определения величины запаздывания температуры приведена в приложении А3.

9.1.4 Процедура имитации погрешности, обусловленной выступающим столбиком ртути, приведена в приложении Х4.

9.1.5 Для проверки калибровки системы измерения температуры при повышенных температурах следует использовать гексадекан. Система измерения температуры должна показывать температуру отгона 50 % продукта, сравнимую с температурой, приведенной в таблице 4 для соответствующего оборудования в условиях перегонки, установленных для продуктов группы 4.

Примечание 12 – Из-за высокой температуры плавления гексадекана перегонку с целью проверки калибровки в условиях, заданных для продуктов группы 4, следует проводить при температуре холодильника, превышающей 20 °С.

[6)] «Химические реактивы. Технические условия Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества», Washington, DC. Рекомендации по испытанию реактивов, не указанных Американским химическим обществом, см. в следующих изданиях: «Стандартные образцы AnalaR для лабораторий, химические реактивы», BDH Ltd., Poole, Dorset, U. K., «Фармакопея США и Национальный фармакологический справочник», Конвенция по фармакопее США, Inc. (USPC), Rockville, MD.

9.2 Метод с использованием автоматического оборудования

9.2.1 Измеритель уровня

Устройство измерения/записи объема отгона в автоматическом оборудовании должно иметь разрешение 0,1 % (по объему) или лучше и максимальную погрешность 0,3 % (по объему) в диапазоне значений от 5 % до 100 % (по объему). Калибровку оборудования в собранном виде следует проверять в соответствии с инструкцией изготовителя не реже чем через каждые 3 мес или после замены или ремонта системы.

Примечание 13 – Обычная процедура калибровки включает проверку объема продукта в приемнике на отметке 5 % и 100 % (по объему) соответственно.

9.2.2 Барометрическое давление

Не реже чем через каждые 6 мес, а также после замены или ремонта системы барометрические показания оборудования должны проверяться на соответствие требованиям, установленным для барометра в 6.6.

10 Проведение испытания

10.1 Записывают барометрическое давление.

10.2 Группы 1 и 2

Контролируют, чтобы проба была подвергнута кондиционированию при соблюдении условий, приведенных в таблице 2. Термометр с узким диапазоном измерения и плотно прилегающей корковой пробкой или пробкой из силиконовой резины или эквивалентного материала устанавливают плотно в горло сосуда для пробы и доводят пробу до температуры, указанной в таблице 3.

10.3 Группы 1, 2, 3 и 4

Проверяют температуру пробы на соответствие требованиям таблицы 3. Заполняют цилиндр-приемник пробой точно до отметки 100 мл и переносят как можно в большем количестве содержимое цилиндра в перегонную колбу, убедившись, что жидкость не попала в пароотводную трубку.

Примечание 14 – Важно, чтобы расхождение между температурой пробы и температурой бани вокруг цилиндра-приемника было как можно меньшим. Расхождение, равное 5 °С, может привести к изменению объема на 0,7 мл.

10.3.1 Группы 3 и 4

Если проба не является жидкой при температуре окружающей среды, то перед проведением испытания ее необходимо нагреть до температуры, которая на 9 °С – 21 °С превышает ее температуру текучести (определенную по ASTM D 97, ASTM D 5949 или ASTM D 5985). Если проба является частично или полностью застывшей, после нагревания для обеспечения ее однородности сосуд с пробой, после того как она расплавится, и перед отбором пробы следует тщательно встряхнуть.

10.3.1.1 Если проба не является жидкой при температуре окружающей среды, температуры, указанные в таблице 3 для цилиндра-приемника и пробы, не применяют. Перед проведением испытания цилиндр-приемник нагревают приблизительно до температуры пробы. Заполняют цилиндр-приемник нагретой пробой точно до отметки 100 мл и переносят как можно в большем количестве содержимое цилиндра в перегонную колбу, убедившись, что жидкость не попала в пароотводную трубку.

Примечание 15 – Любое количество продукта, которое испаряется во время переноса, является частью потерь; любое количество продукта, которое остается в цилиндре-приемнике, является частью объема отогнанного продукта при IBP.

10.4 Если существует вероятность неравномерного кипения пробы, сопровождающегося толчками, в пробу добавляют несколько керамических центров кипения. Допускается добавлять керамические центры кипения при проведении перегонки любого продукта.

10.5 Устанавливают температурный датчик через плотно прилегающее устройство для механического центрирования датчика в горле колбы в соответствии с 6.4. В случае использования термометра он центрируется в горле колбы, нижний конец капилляра устанавливается на одном уровне с самой высокой точкой на нижней внутренней стенке пароотводной трубки (см. рисунок 5). В случае использования термопары или термометра сопротивления установку термометра проводят согласно инструкции изготовителя (см. рисунок 6).

Примечание 16 – Если на соприкасающихся поверхностях устройства для центрирования используется вакуумная смазка, то ее количество должно быть минимально возможным.

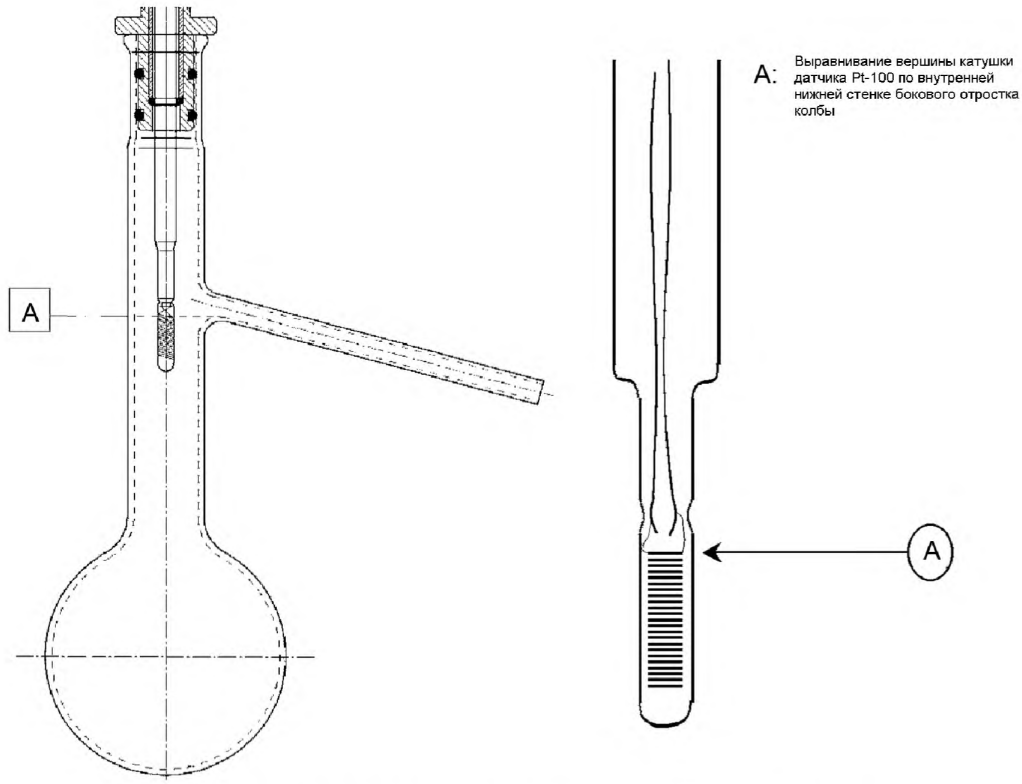


Рисунок 6 – Пример рекомендуемого положения датчика Pt-100 относительно бокового отростка колбы для автоматической перегонной установки

10.6 Пароотводную трубку колбы с плотно прилегающей корковой пробкой или пробкой из силиконового или эквивалентного материала плотно устанавливают в трубку холодильника. Регулируют колбу в вертикальном положении таким образом, чтобы пароотводная трубка проникала в трубку холодильника на расстояние от 25 до 50 мм. Поднимают и регулируют подставку для колбы так, чтобы она плотно прилегала ко дну колбы.

10.7 Не вытирая внутренние стенки, помещают цилиндр-приемник, который использовался для отбора заданного количества пробы, в его баню с регулируемой температурой под нижний кончик трубки холодильника. Кончик трубки холодильника должен быть отцентрирован в цилиндре-приемнике и должен быть погружен в него на расстояние не менее 25 мм, но не ниже отметки в 100 мл.

10.8 Температура начала кипения

10.8.1 Метод с использованием ручного оборудования

Для уменьшения потерь, связанных с испарением дистиллята, цилиндр-приемник закрывают кусочком фильтровальной бумаги или аналогичного материала с отверстием, вырезанным точно по размеру трубки холодильника и плотно прилегающим к ней. При использовании аллонжа перегонку начинают так, чтобы кончик аллонжа касался стенки цилиндра-приемника. Если аллонж не используется, следят за тем, чтобы кончик холодильника с капающей жидкостью не касался стенок цилиндра-приемника. Отмечают время начала перегонки. Наблюдают и записывают IBP с точностью до 0,5 °C (1,0 °F). Если аллонж не использовался, цилиндр-приемник сразу же перемещают таким образом, чтобы кончик холодильника касался его внутренней стенки.

10.8.2 Метод с использованием автоматического оборудования

Для уменьшения потерь, связанных с испарением дистиллята, используют предназначенное для этой цели устройство, поставляемое изготовителем установки. Включают нагревание колбы для перегонки с ее содержимым, кончик аллонжа при этом должен касаться стенки цилиндра-приемника. Отмечают время начала испытания. Записывают IBP с точностью до 0,1 °C (0,2 °F).

10.9 Нагревание регулируют таким образом, чтобы интервал времени от начала нагревания до IBP соответствовал значениям, приведенным в таблице 5.

10.10 Нагревание регулируют таким образом, чтобы интервал времени от IBP до отгона 5 % продукта соответствовал значениям, приведенным в таблице 5.

Таблица 5 – Условия проведения испытания

	Группа 1	Группа 2	Группа 3	Группа 4
Температура охлаждающей бани[A], °C °F	0 – 1 32 – 34	0 – 5 32 – 40	0 – 5 32 – 40	0 – 60 32 – 140
Температура бани вокруг цилиндра-приемника, °C °F	13 – 18 55 – 65	13 – 18 55 – 65	13 – 18 55 – 65	±3 ±5 к температуре пробы, вводимой для испытания
Интервал времени от начала нагревания до IPB, мин	5 – 10	5 – 10	5 – 10	5 – 15
Интервал времени от IPB до отгона 5 % продукта, с	60 – 100	60 – 100	–	–
Постоянная средняя скорость конденсации от 5 % отгона до остатка в колбе 5 мл продукта, мл/мин	4 – 5	4 – 5	4 – 5	4 – 5
Интервал времени от 5 мл остатка до температуры выкипания, мин, не более	5	5	5	5

[A] Температура бани зависит от содержания парафинов в пробе и от ее фракционного состава. Испытание обычно проводят при одной температуре холодильника. Образование парафинов в холодильнике можно установить по: a) наличию частиц парафина в дистилляте, капающем с кончика холодильника; b) более высокому значению потерь при перегонке, чем ожидалось, на основании температуры начала кипения пробы; c) нестабильной скорости отгона; d) присутствию частиц парафина на мягкой безворсовой ткани (см. 8.3) во время удаления остатков жидкости из трубки холодильника.

Испытание следует проводить при минимальной температуре, обеспечивающей надлежащее его проведение. Обычно температура бани в диапазоне значений от 0 °C до 4 °C является подходящей для керосина, среднего дистиллятного и дизельного топлив. В некоторых случаях, в том числе для среднего дистиллятного и дизельного топлив, газойля и подобных дистиллятов, может потребоваться поддержание температуры бани для холодильника в диапазоне значений от 38 °C до 60 °C.

10.11 Продолжают регулировать нагревание таким образом, чтобы постоянная средняя скорость конденсации с момента 5 % отгона до остатка 5 мл продукта в колбе составляла от 4 до 5 мл/мин. (**Предупреждение –** Из-за особенности конструкции колбы для перегонки и условий испытания пары и жидкость вокруг температурного датчика не находятся в равновесном состоянии, что обуславливает влияние скорости перегонки на результат измерения температуры паров. Поэтому скорость перегонки в течение испытания необходимо поддерживать как можно более постоянной).

Примечание 17 – При испытании проб бензинов часто можно увидеть внезапное образование в конденсате несмешивающихся жидких фаз и пузырьков на устройстве измерения температуры и в горле колбы при температуре паров около 160 °C. Данное явление может сопровождаться резким уменьшением (около 3 °C) температуры паров и снижением скорости конденсации. Данное явление, причиной которого может быть наличие следов воды в пробе, может продолжаться от 10 до 30 с перед тем, как температура восстановится и конденсат снова начнет равномерно стекать. Данный промежуток времени иногда называют моментом прерывания.

10.12 Перегонку, не соответствовавшую требованиям, приведенным в 10.9, 10.10, 10.11, проводят повторно.

10.13 Если наблюдают температуру расщепления, нагревание прекращают и продолжают испытание согласно 10.17.

Примечание 18 – Характерными признаками термического расщепления являются выделение паров и неравномерное изменение (в большинстве случаев понижение) показаний термометра на завершающих этапах перегонки.

10.14 В интервале от IBP и до окончания перегонки отмечают и записывают данные, необходимые для расчета и записи, в протокол результатов испытания в соответствии с требованиями технических условий или для испытуемой пробы, как это предварительно установлено. Регистрируемыми данными могут быть значения температуры при заданных процентах отогнанного продукта и/или значения процента отогнанного продукта при заданных значениях температуры.

10.14.1 Метод с использованием ручного оборудования

Записывают значения всех объемов в мерном цилиндре с точностью до 0,5 мл и все значения температуры с точностью до 0,5 °C (1,0 °F).

10.14.2 Метод с использованием автоматического оборудования

Записывают значения всех объемов в мерном цилиндре с точностью до 0,1 мл и все значения температуры с точностью до 0,1 °C (0,2 °F).

10.14.3 Группы 1, 2, 3 и 4

В тех случаях, когда не установлены специальные требования, записывают IBP и EP или FBP и/или температуру конца кипения и значения температуры при 5 %, 15 %, 85 % и 95 % отогнанного продукта и при каждом проценте отогнанного продукта, кратном 10, в диапазоне от 10 % до 90 % включительно.

10.14.3.1 Группа 4

При использовании термометров с широким диапазоном измерения при испытании топлив для турбореактивных двигателей и подобных продуктов заданные значения температуры могут быть скрыты устройством центрирования. Если данные показания необходимы, перегонку проводят повторно в условиях, установленных для продуктов группы 3. В этом случае записывают показания термометра с узким диапазоном измерения вместо скрытых показаний термометра с широким диапазоном измерения, о чем указывают в протоколе испытания. Если значения скрытых показаний не требуются (согласно договоренности), то это указывают в протоколе испытания.

10.14.4 Если в протоколе испытания необходимо указать значения температуры при заданном проценте выпаривания или отогнанного продукта для пробы с быстро изменяющимся углом наклона кривой перегонки в области заданных значений процента выпаривания или отогнанного продукта, записывают значения температуры через каждый 1 % отогнанного продукта. Угол наклона считается быстро изменяющимся, если изменение наклона C в определенной области для точек, указанных в 10.14.3, больше 0,6 (изменение наклона F больше 1,0). Изменение наклона вычисляют по следующим формулам:

$$\text{Изменение наклона } C = (C_2 - C_1)/(V_2 - V_1) - (C_3 - C_2)/(V_3 - V_2). \quad (1)$$

$$\text{Изменение наклона } F = (F_2 - F_1)/(V_2 - V_1) - (F_3 - F_2)/(V_3 - V_2), \quad (2)$$

где C_1 – температура при проценте отогнанного продукта, предшествующем интересуемому проценту отогнанного продукта, °C;

C_2 – температура при определяемом проценте отогнанного продукта, °C;

C_3 – температура при проценте отогнанного продукта, следующем за интересуемым процентом отогнанного продукта, °C;

F_1 – температура при проценте отогнанного продукта, предшествующем интересуемому проценту отогнанного продукта, °F;

F_2 – температура при определяемом проценте отогнанного продукта, °F;

F_3 – температура при проценте отогнанного продукта, следующем за интересуемым процентом отогнанного продукта, °F;

V_1 – объем отогнанного продукта, предшествующий интересуемому значению объема отогнанного продукта, %;

V_2 – интересуемое значение объема отогнанного продукта, %;

V_3 – объем отогнанного продукта, следующий за интересуемым значением объема отогнанного продукта, %.

10.15 Когда объем оставшейся в колбе жидкости будет составлять приблизительно 5 мл, проводят окончательную регулировку нагревания. Интервал времени с момента остатка в колбе 5 мл жидкости до температуры выкипания должен находиться в пределах диапазона, указанного в таблице 5. Если данное условие не выполняется, испытание проводят повторно, отрегулировав при этом соответствующим образом нагревание.

Примечание 19 – Поскольку сложно определить, когда в колбе останется 5 мл кипящей жидкости, окончательную регулировку нагревания проводят, отмечая количество отогнанной в цилиндр-приемник жидкости. Установлено, что динамическая задержка на этом этапе составляет приблизительно 1,5 мл. Если внешние потери отсутствуют, то объем жидкости в колбе можно считать равным 5 мл при объеме жидкости в цилиндре-приемнике 93,5 мл. Данное количество необходимо корректировать с учетом оцененного количества внешних потерь.

10.15.1 Если действительное значение внешних потерь более чем на 2 мл превышает оцененное значение, испытание следует повторить.

10.16 Отмечают и записывают в зависимости от требуемых значений температуру выкипания (EP или FBP) и/или температуру конца кипения и прекращают нагревание.

Примечание 20 – Температура выкипания является более широко применимой, чем температура конца кипения. Температура конца кипения может указываться применительно к нафтам для специальных целей, например применительно к нафтам для лакокрасочной промышленности. Кроме того, данная температура может применяться вместо температуры выкипания в том случае, если свойства пробы не обеспечивают соблюдение требований к прецизионности, приведенных в разделе 13.

Примечание 21 – **Группы 1 и 2.** После проведения регулировки окончательного нагревания значение температуры (показание термометра) будет продолжать увеличиваться. При приближении к температуре выпаривания во время перегонки обычно сразу происходит достижение температуры конца кипения. После достижения температуры конца кипения значение температуры паров (показания термометра) будет продолжать увеличиваться. Дно колбы будет сухим, но на ее боковых стенках, в горле и на датчике температуры все еще будет присутствовать конденсат паров. Конденсат паров может иметь вид белого облака дыма. Данный конденсат паров (облако дыма) будет полностью охватывать датчик температуры перед тем, как температура паров начнет уменьшаться. Если данные явления не происходят, температура выпаривания может быть не достигнута. В этом случае рекомендуется повторить испытание, увеличив интенсивность окончательного нагревания. Обычно температура паров будет продолжать увеличиваться после достижения температуры конца кипения и обволакивания облаком паров датчика температуры. При приближении к температуре выпаривания скорость увеличения температуры начнет снижаться и приблизится к предельному значению. После достижения температуры выпаривания температура паров начнет уменьшаться. Если температура паров начнет уменьшаться, а затем увеличиваться и в момент увеличения температуры данный цикл повторится, то интенсивность окончательного нагревания при регулировке была завышена. В этом случае рекомендуется повторить испытание, уменьшив интенсивность нагревания.

Группы 3 и 4. Большинство проб продуктов групп 3 и 4 будут иметь такие же температуру конца кипения и температуру выпаривания, как и продукты групп 1 и 2. Для проб продуктов, содержащих высококипящие компоненты, определение температуры конца кипения или температуры выпаривания до достижения температуры расщепления может быть невозможно.

10.17 Ожидают, пока дистиллят не стечет в цилиндр-приемник после прекращения нагревания.

10.17.1 Метод с использованием ручного оборудования

До тех пор, пока с трубки холодильника в измерительный цилиндр стекает конденсат, отмечают и записывают его объем с точностью до 0,5 мл через каждые 2 мин до отсутствия расхождения между двумя последовательными результатами. Измеряют объем отгона в цилиндре-приемнике и записывают результат с точностью до 0,5 мл.

10.17.2 Метод с использованием автоматического оборудования

Оборудование должно постоянно измерять объем отогнанного продукта до тех пор, пока его изменение в течение 2 мин будет составлять не более 0,1 мл. Записывают объем отгона в цилиндре-приемнике с точностью до 0,1 мл.

10.18 Объем в цилиндре-приемнике записывают как процент отгона. Если перегонка была остановлена раньше при достижении температуры расщепления, то процент отогнанного продукта вычитают из 100 и записывают разность как сумму процентов остатка и потерь и процедуру по 10.19 не выполняют.

10.19 После того как колба охладится и пары больше не будут выделяться, колбу отсоединяют от холодильника, выливают ее содержимое в мерный цилиндр вместимостью 5 мл и, удерживая колбу над цилиндром, дают стечь жидкости до тех пор, пока ее объем в цилиндре не станет постоянным. Измеряют объем в мерном цилиндре с точностью до 0,1 мл и записывают его как процент остатка.

10.19.1 Если мерный цилиндр вместимостью 5 мл не имеет шкалы ниже отметки 1 мл и объем жидкости меньше 1 мл, то цилиндр предварительно заполняют 1 мл тяжелого нефтепродукта для обеспечения более точной оценки остатка после перегонки.

10.19.1.1 Если полученный объем остатка больше предполагаемого и перегонка не была преднамеренно прервана до достижения EP, проверяют, осуществлялось ли надлежащим образом нагревание до окончания перегонки и соответствовали ли условия проведения испытания условиям, приведенным в таблице 5. Если указанные выше требования не выполнялись, испытание повторяют.

Примечание 22 – Остаток после перегонки по настоящему методу испытания для бензина, керосина и дистиллятного дизельного топлива обычно составляет 0,9 – 1,2; 0,9 – 1,3 и 1,0 – 1,4 соответственно.

Примечание 23 – Настоящий метод испытания не предназначен для испытания дистиллятных топлив, содержащих значительные количества остаточных продуктов (см. 1.2).

10.19.2 Группы 1, 2, 3 и 4

Записывают объем жидкости в мерном цилиндре вместимостью 5 мл с точностью до 0,1 мл как процент остатка.

10.20 Если целью перегонки является установление процентов выпаривания или отогнанного продукта при предварительно определенном скорректированном значении температуры, изменяют проведение испытания в соответствии с указаниями, приведенными в приложении А4.

10.21 Проверяют трубку холодильника и боковой отросток колбы на наличие парафинов или отложений. При обнаружении последних испытание повторяют после проведения корректировки, описанной в сноске А таблицы 5.

11 Обработка результатов

11.1 Процент общего отгона – это сумма процента отгона (см. 10.18) и процента остатка (см. 10.19). Для определения процента потерь процент общего отгона вычитают из 100.

11.2 Не следует применять к барометрическому давлению поправку на мениск и приводить давление к значению на уровне моря.

Примечание 24 – Наблюдаемые показания барометра не следует приводить к стандартным значениям температуры и ускорения силы тяжести. Даже без внесения данных поправок скорректированные значения температуры для одного и того же продукта, полученные лабораториями, которые расположены в двух различных местах, как правило, будут различаться менее чем на 0,1 °С при температуре 100 °С. Практически все полученные ранее данные указаны при барометрическом давлении, которое не приводилось к стандартным значениям температуры и ускорения силы тяжести.

11.3 Корректируют значения температуры на давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.). Поправки, которые должны применяться для корректировки каждого значения температуры, получают с использованием соответствующей формулы (3), (4) или (5) или таблицы 6. Для температур в градусах Цельсия:

$$C_c = 0{,}0009\ (101{,}3 - P_к)\ (273 + t_c), \quad (3)$$

$$C_c = 0{,}00012\ (760 - P)\ (273 + t_c). \quad (4)$$

Для температур в градусах Фаренгейта:

$$C_f = 0{,}00012\ (760 - P)\ (460 + t_f), \quad (5)$$

где t_c – наблюдаемое значение температуры, °С;

t_f – наблюдаемое значение температуры, °F;

C_c, C_f – поправки, которые прибавляют к наблюдаемым значениям температуры;

$P_к$ – барометрическое давление, преобладающее во время и в месте проведения испытания, кПа;

P – барометрическое давление, преобладающее во время и в месте проведения испытания, мм рт. ст.

Таблица 6 – Приблизительные значения поправок к показаниям температуры

Температурный диапазон		Поправка[A] на разницу в давлении 1,3 кПа (10 мм рт. ст.)	
°С	°F	°С	°F
10 – 30	50 – 86	0,35	0,63
30 – 50	86 – 122	0,38	0,68
50 – 70	122 – 158	0,40	0,72
70 – 90	158 – 194	0,42	0,76
90 – 110	194 – 230	0,45	0,81

Окончание таблицы 6

Температурный диапазон		Поправка[A] на разницу в давлении 1,3 кПа (10 мм рт. ст.)	
°C	°F	°C	°F
110 – 130	230 – 266	0,47	0,85
130 – 150	266 – 302	0,50	0,89
150 – 170	302 – 338	0,52	0,94
170 – 190	338 – 374	0,54	0,98
190 – 210	374 – 410	0,57	1,02
210 – 230	410 – 446	0,59	1,07
230 – 250	446 – 482	0,62	1,11
250 – 270	482 – 518	0,64	1,15
270 – 290	518 – 554	0,66	1,20
290 – 310	554 – 590	0,69	1,24
310 – 330	590 – 626	0,71	1,28
330 – 350	626 – 662	0,74	1,33
350 – 370	662 – 698	0,76	1,37
370 – 390	698 – 734	0,78	1,41
390 – 410	734 – 770	0,81	1,46

[A] Значения поправок следует прибавлять, если барометрическое давление ниже 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), и вычитать, если барометрическое давление выше 101,3 кПа.

После применения поправок и округления результатов до 0,5 °C (1,0 °F) или до 0,1 °C (0,2 °F) в зависимости от используемого оборудования скорректированные значения температуры применяют во всех дальнейших вычислениях и приводят в протоколе испытания.

Примечание 25 – Значения температуры не корректируются на давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), если в технических условиях или по соглашению сторон установлено, что данная корректировка не требуется или корректировку следует осуществлять на другое давление.

11.4 Корректируют действительное значение потерь на давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), если значения температуры корректируют на данное давление. Скорректированные потери L_c вычисляют по соответствующей формуле (6) или (7) или берут из таблиц, приведенных в приложении Х3 (рисунки Х3.1 и Х3.2).

$$L_c = 0,5 + (L - 0,5)/\{1 + (101,3 - P_к)/8,00\}, \quad (6)$$

$$L_c = 0,5 + (L - 0,5)/\{1 + (760 - P)/60,0\}, \quad (7)$$

где L – процент потерь;

L_c – скорректированный процент потерь;

$P_к$ – давление, кПа;

P – давление, мм рт. ст.

Примечание 26 – Формулы (6) и (7), приведенные выше, получены с использованием данных приложения А4 (таблицы А4.3), а также формул (5) и (6), приведенных в ASTM D86-95 и более ранних версиях данного стандарта.

11.4.1 Вычисляют соответствующее значение скорректированного процента отгона по следующей формуле:

$$R_c = R + (L - L_c), \quad (8)$$

где L – процент потерь;

L_c – скорректированные потери;

R – процент отгона;

R_c – скорректированный процент отгона.

11.5 Для определения процента выпаривания при заданном значении температуры к каждому определенному проценту отогнанного продукта при заданных значениях температуры прибавляют процент потерь и записывают результаты в протокол испытания как соответствующие значения процента выпаривания:

$$P_e = P_r + L, \quad (9)$$

где L – процент потерь;
P_e – процент выпаривания;
P_r – процент отогнанного продукта.

11.6 Для определения значений температуры при заданном проценте выпаривания, если данные о температурах для значений процента выпаривания в пределах 0,1 % (*V*/*V*) от заданного значения отсутствуют, применяют один из двух приведенных ниже методов. В протоколе испытания указывают, какой из методов (арифметический или графический) применялся.

11.6.1 Арифметический метод

Вычитают процент потерь из каждого заданного значения процента выпаривания для получения соответствующего значения процента отогнанного продукта. Вычисляют каждое требуемое значение температуры по формуле

$$T = T_L + (T_H - T_L)(P_r - P_{rL})/(P_{rH} - P_{rL}), \quad (10)$$

где P_r – процент отогнанного продукта, соответствующий заданному значению процента выпаривания;
P_{rH} – близлежащее значение процента отогнанного продукта, которое больше R;
P_{rL} – близлежащее значение процента отогнанного продукта, которое меньше R;
T – значение температуры при заданном значении процента выпаривания;
T_H – значение температуры, записанное при P_{rH};
T_L – значение температуры, записанное при P_{rL}.

Значения, полученные при применении данного метода, зависят от степени нелинейности кривой перегонки. Интервалы между последовательными точками данных на любой стадии испытания не могут быть больше интервалов, указанных в 10.14.3. Не допускается проводить вычисления, предусматривающие экстраполяцию.

11.6.2 Графический метод

Используя миллиметровую бумагу с одинаковыми делениями, наносят каждое значение температуры, скорректированное при необходимости (см. 11.3) на барометрическое давление, в зависимости от соответствующего значения процента отогнанного продукта. Значения IBP наносят при 0 % отгона. Проводят плавную кривую, соединяющую точки. Из каждого заданного значения процента выпаривания вычитают процент потерь при перегонке для получения соответствующего значения процента отогнанного продукта и по графику находят значение температуры, соответствующее данному значению процента отогнанного продукта. Значения, полученные методом графической интерполяции, зависят от тщательности построения графика.

Примечание 27 – Примеры применения арифметического метода приведены в приложении X1.

11.6.3 Большинством автоматических приборов данные температура – объем снимаются через каждые 0,1 % (*V*/*V*) или меньшие интервалы и сохраняются в памяти. Для определения значения температуры при заданном проценте выпаривания методы, приведенные в 11.6.1 и 11.6.2, не применяют. Требуемое значение температуры получают непосредственно из базы данных, выбирая значение температуры, соответствующее проценту выпаривания, значение которого является наиболее близким и находится в пределах 0,1 % (*V*/*V*) от заданного значения.

12 Протокол испытания

12.1 В протоколе испытания указывают следующую информацию (примеры протоколов испытания приведены в приложении X5).

12.2 Указывают барометрическое давление с точностью до 0,1 кПа (1 мм рт. ст.).

12.3 Все значения объема указывают в процентах.

12.3.1 Метод с использованием ручного оборудования

Указывают значения объема с точностью до 0,5 % и все значения температуры с точностью до 0,5 °C (1,0 °F).

12.3.2 Метод с использованием автоматического оборудования

Указывают значения объема с точностью до 0,1 % и все значения температуры с точностью до одного десятичного знака.

12.4 Если значения температуры скорректированы на барометрическое давление, то перед записью в протоколе испытания значения IBP, температуры конца кипения, EP или FBP, температуры расщепления, процентов отогнанного продукта и соответствующих им значений температуры не требуют дополнительных вычислений.

12.4.1 Если значения температуры не были скорректированы на барометрическое давление, это должно быть указано в протоколе испытания.

12.5 Если значения температуры не были скорректированы на давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), то процент остатка и процент потерь записывают как определенные согласно 10.19 и 11.1 соответственно.

12.6 Скорректированные значения потерь при вычислении процента выпаривания не используют.

12.7 Если пробой является бензин или любой другой продукт, относящийся к группе 1, или если процент потерь для пробы превышает 2,0, то в протоколе испытания рекомендуется приводить зависимость между значениями температуры и процентом выпаривания. В других случаях в протоколе испытаний могут приводиться зависимости между значениями температуры и процентом выпаривания или процентом отогнанного продукта. В протоколе испытания должно быть четко указано, какая зависимость используется.

12.7.1 Если результаты испытаний для метода с ручным оборудованием приводятся в виде зависимости значений процента выпаривания от температуры, то указывают, какой из методов, арифметический или графический, применялся (см. 11.6).

12.8 При использовании влагопоглотителя, указанного в 7.5.2 или 7.5.3, это отмечают в протоколе испытания.

12.9 В приложении X1 приведен пример оформления протокола испытания в виде таблицы. В нем приведены значения процента отогнанного продукта в зависимости от соответствующих значений температуры и скорректированных значений температуры. В протоколе также указаны значения процента потерь, скорректированные значения процента потерь и значения процента выпаривания в зависимости от скорректированных значений температуры.

13 Прецизионность и смещение метода

13.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода испытания определена в результате статистической обработки межлабораторных результатов испытаний [7] следующим образом.

Примечание 28 – Прецизионность и смещение получены для продуктов различных групп. Пробы продуктов групп 1, 2 и 3 обозначены как NOT4, а группы 4 – как GRP4.

Примечание 29 – Прецизионность вычислена на основании данных, полученных с использованием автоматического оборудования, отвечающего требованиям настоящего стандарта. Прецизионность метода при использовании ручного оборудования можно определить вычислением с использованием информации, приведенной в приложении А4 (А4.10).

Примечание 30 – Информация о прецизионности метода в отношении процента выпаривания или процента отогнанного продукта при заданном значении температуры приведена в приложении А4.

Примечание 31 – Запланировано проведение нового межлабораторного исследования, поскольку лаборатории не могут выполнить требования к прецизионности, установленной в отношении температуры при проценте отогнанного продукта, составляющем 50 %.

13.1.1 Повторяемость *r*

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже.

NOT4: Таблицы вычисленных значений повторяемости приведены в приложении А1.

IBP: r = 0,0295(E + 51,19)	действительно в диапазоне значений: 20 °C – 70 °C;
E10: r = 1,33	действительно в диапазоне значений: 35 °C – 95 °C;

[7] Подтверждающие материалы (результаты программы совместных межлабораторных испытаний 2005 года) хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1621.

E50: r = 0,74 действительно в диапазоне значений: 65 °C – 220 °C;
E90: r = 0,00755(E + 59,77) действительно в диапазоне значений: 110 °C – 245 °C;
FBP: r = 3,33 действительно в диапазоне значений: 135 °C – 260 °C.
GRP4: Таблицы вычисленных значений повторяемости приведены в приложении А1.
IBP: r = 0,018T действительно в диапазоне значений: 145 °C – 220 °C;
T10: r = 0,0094T действительно в диапазоне значений: 160 °C – 265 °C;
T50: r = 0,94 действительно в диапазоне значений: 170 °C – 295 °C;
T90: r = 0,0041T действительно в диапазоне значений: 180 °C – 340 °C.
T95: r = 0,01515(T – 140) действительно в диапазоне значений: 260 °C – 340 °C (для дизельного топлива)
FBP: r = 2,2 действительно в диапазоне значений: 195 °C – 365 °C,
где E – температура выпаривания в пределах указанного диапазона;
T – температура отгона в пределах указанного диапазона.

Примечание 32 – Для нафты, растворителей и схожих продуктов, для которых в протоколе испытания указывают процент отогнанного продукта и процент потерь, как правило, менее 1 %, значения температур, соответствующие проценту отогнанного продукта, можно считать равными значениям температур, соответствующим проценту выпаривания, и прецизионность может быть вычислена так же, как это указано для NOT4.

13.1.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже.

NOT4: Таблицы вычисленных значений воспроизводимости приведены в приложении А1.
IBP: R = 0,0595(E + 51,19) действительно в диапазоне значений: 20 °C – 70 °C;
E10: R = 3,20 действительно в диапазоне значений: 35 °C – 95 °C;
E50: R = 1,88 действительно в диапазоне значений: 65 °C – 220 °C;
E90: R = 0,019(E + 59,77) действительно в диапазоне значений: 110 °C – 245 °C;
FBP: R = 6,78 действительно в диапазоне значений: 135 °C – 260 °C.
GRP4: Таблицы вычисленных значений воспроизводимости приведены в приложении А1.
IBP: R = 0,055T действительно в диапазоне значений: 145 °C – 220 °C;
T10: R = 0,022T действительно в диапазоне значений: 160 °C – 265 °C;
T50: R = 2,97 действительно в диапазоне значений: 170 °C – 295 °C;
T90: R = 0,0423(T – 140) действительно в диапазоне значений: 260 °C – 340 °C (для дизельного топлива);
FBP: R = 7,1 действительно в диапазоне значений: 195 °C – 365 °C,
где E – температура выпаривания в пределах указанного диапазона;
T – температура отгона в пределах указанного диапазона.

Примечание 33 – Для нафты, растворителей и схожих продуктов, для которых в протоколе испытания указывают процент отогнанного продукта и процент потерь, как правило, менее 1 %, значения температур, соответствующие проценту отогнанного продукта, можно считать равными значениям температур, соответствующим проценту выпаривания, и прецизионность может быть вычислена так же, как это указано для NOT4.

13.2 Показатели прецизионности получены в результате выполнения программы совместных межлабораторных испытаний в 2005 году с использованием ASTM D 6300[8)]. В исследованиях участвовали шестнадцать лабораторий, которыми было проанализировано тридцать три группы проб, включая бензины, в том числе содержащие до 10 % этанола, дизельные топлива, в том числе биодизельные топлива с содержанием биокомпонента 5 % (B5) и 20 % (B20), котельные топлива, авиационные топлива для турбореактивных двигателей, топлива для судовых двигателей, уайт-спирит и толуол. Диапазон температур, в котором проводились исследования, составил от 23 °C до 365 °C. Информация о типах продуктов и средних значениях их температур кипения приведена в исследовательском отчете.

Примечание 29 – Показатели прецизионности не определены для одной пробы бензина с высоким давлением насыщенных паров и высоким значением потерь и одной пробы авиационного топлива для турбореактивных двигателей с примесью бензина, являющейся нетипичной.

[8)] Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR: D02-1580.

13.3 Смещение метода

13.3.1 Смещение метода

Для настоящего метода испытания смещение не определено из-за отсутствия признанного стандартного образца.

13.3.2 Относительное смещение между результатами, полученными с использованием ручного и автоматического оборудования

В результате межлабораторного исследования [4)], проведенного в 2003 году с использованием ручного и автоматического оборудования, установлено, что статистическое подтверждение наличия смещения между результатами испытаний, полученными с использованием ручного и автоматического оборудования, отсутствует.

Приложения А
(обязательные)

А1 Таблицы показателей прецизионности (повторяемость *r* и воспроизводимость *R)* для метода с использованием автоматического оборудования

А1.1 Таблицы:

IBP		IBP_NOT4
Температура, °С	*r*	*R*
20	2,10	4,24
25	2,25	4,53
30	2,40	4,83
35	2,54	5,13
40	2,69	5,43
45	2,84	5,72
50	2,99	6,02
55	3,13	6,32
60	3,28	6,62
65	3,43	6,91
70	3,58	7,21

IBP		IBP_GRP4
Температура, °С	*r*	*R*
145	2,61	7,98
150	2,70	8,25
155	2,79	8,53
160	2,88	8,80
165	2,97	9,08
170	3,06	9,35
175	3,15	9,63
180	3,24	9,90
185	3,33	10,18
190	3,42	10,45
195	3,51	10,73
200	3,60	11,00
205	3,69	11,28
210	3,78	11,55
215	3,87	11,83
220	3,96	12,10

10 % выпаривания		E10_NOT4
Температура, °С	*r*	*R*
35	1,33	3,20
40	1,33	3,20
45	1,33	3,20
50	1,33	3,20
55	1,33	3,20
60	1,33	3,20
65	1,33	3,20
70	1,33	3,20
75	1,33	3,20
80	1,33	3,20
85	1,33	3,20
90	1,33	3,20
95	1,33	3,20

10 % отгона		T10_GRP4
Температура, °С	*r*	*R*
160	1,50	3,52
165	1,55	3,63
170	1,60	3,74
175	1,65	3,85
180	1,69	3,96
185	1,74	4,07
190	1,79	4,18
195	1,83	4,29
200	1,88	4,40
205	1,93	4,51
210	1,97	4,62
215	2,02	4,73
220	2,07	4,84
225	2,12	4,95
230	2,16	5,06
235	2,21	5,17
240	2,26	5,28
245	2,30	5,39
250	2,35	5,50
255	2,40	5,61
260	2,44	5,72
265	2,49	5,83

50 % выпаривания		E50_NOT4
Температура, °С	*r*	*R*
65 – 220	0,74	1,88

50 % отгона		T50_GRP4
Температура, °С	*r*	*R*
170-295	0,94	2,97

90 % выпаривания		E90_NOT4
Температура, °С	*r*	*R*
110	1,28	3,23
115	1,32	3,32
120	1,36	3,42
125	1,40	3,51
130	1,43	3,61
135	1,47	3,70
140	1,51	3,80
145	1,55	3,89
150	1,58	3,99
155	1,62	4,08
160	1,66	4,18
165	1,70	4,27
170	1,73	4,37
175	1,77	4,46
180	1,81	4,56
185	1,85	4,65
190	1,89	4,75
195	1,92	4,84
200	1,96	4,94
205	2,00	5,03
210	2,04	5,13
215	2,07	5,22
220	2,11	5,32
225	2,15	5,41
230	2,19	5,51
235	2,23	5,60
240	2,26	5,70
245	2,30	5,79

90 % отгона		T90_GRP4
Температура, °С	*r*	*R*
180	0,74	2,70
185	0,76	2,78
190	0,78	2,85
195	0,80	2,93
200	0,82	3,00
205	0,84	3,08
210	0,86	3,15
215	0,88	3,23
220	0,90	3,30
225	0,92	3,38
230	0,94	3,45
235	0,96	3,53
240	0,98	3,60
245	1,00	3,68
250	1,03	3,75
255	1,05	3,83
260	1,07	3,90
265	1,09	3,98
270	1,11	4,05
275	1,13	4,13
280	1,15	4,20
285	1,17	4,28
290	1,19	4,35
295	1,21	4,43
300	1,23	4,50
305	1,25	4,58
310	1,27	4,65
315	1,29	4,73
320	1,31	4,80
325	1,33	4,88
330	1,35	4,95
335	1,37	5,03
340	1,39	5,10

95 % отгона Температура, °С	Дизельное топливо T95_GRP4 r (автоматическое оборудование)	R (автоматическое оборудование)
260	1,82	5,08
265	1,89	5,29
270	1,97	5,50
275	2,05	5,71
280	2,12	5,92
285	2,20	6,13
290	2,27	6,35
295	2,35	6,56
300	2,42	6,77
305	2,50	6,98
310	2,58	7,19
315	2.65	7.40
320	2.73	7.61
325	2.80	7.83
330	2.88	8.04
335	2.95	8.25
340	3.03	8.46

FBP Температура, °С	FBP_NOT4 r (автоматическое оборудование)	R (автоматическое оборудование)
135 – 260	3,33	6,78
FBP Температура, °С	**FBP_GRP4 r (автоматическое оборудование)**	**R (автоматическое оборудование)**
195 – 365	2,2	7,1

А2 Подробное описание оборудования

А2.1 Колбы для перегонки

Колбы должны быть изготовлены из термостойкого стекла, иметь размеры с допускаемыми отклонениями, приведенными на рисунках А2.1 и А2.2. Колбы, изготовленные из боросиликатного стекла, должны соответствовать требованиям ASTM E1405. Содержание SiO_2 в колбах, изготовленных из кварцевого стекла, должно быть не менее 99,9 %. Колбы также могут иметь пришлифованное соединение.

Примечание А2.1 – Поскольку тепловые характеристики колб из боросиликатного и кварцевого стекла могут отличаться, следует рассмотреть необходимость внесения поправок к первоначальной и окончательной регулировкам нагревания с целью достижения установленных в методе испытания временных ограничений.

Примечание А2.2 – Для определения температуры конца кипения рекомендуется специально подбирать колбы с одинаковой толщиной дна и стенок.

Размеры в миллиметрах

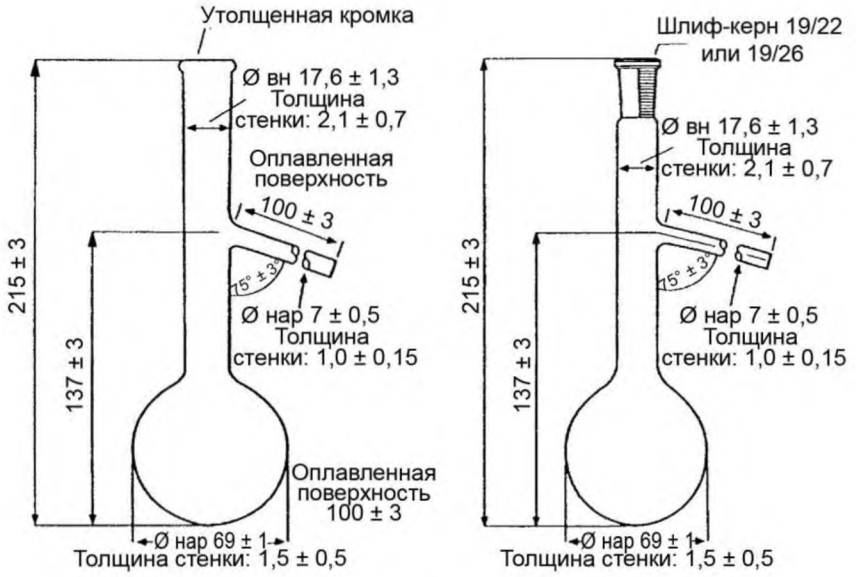


Рисунок А2.1 – Колба вместимостью 125 мл и колба со стеклянным шлифом вместимостью 125 мл

Размеры в миллиметрах

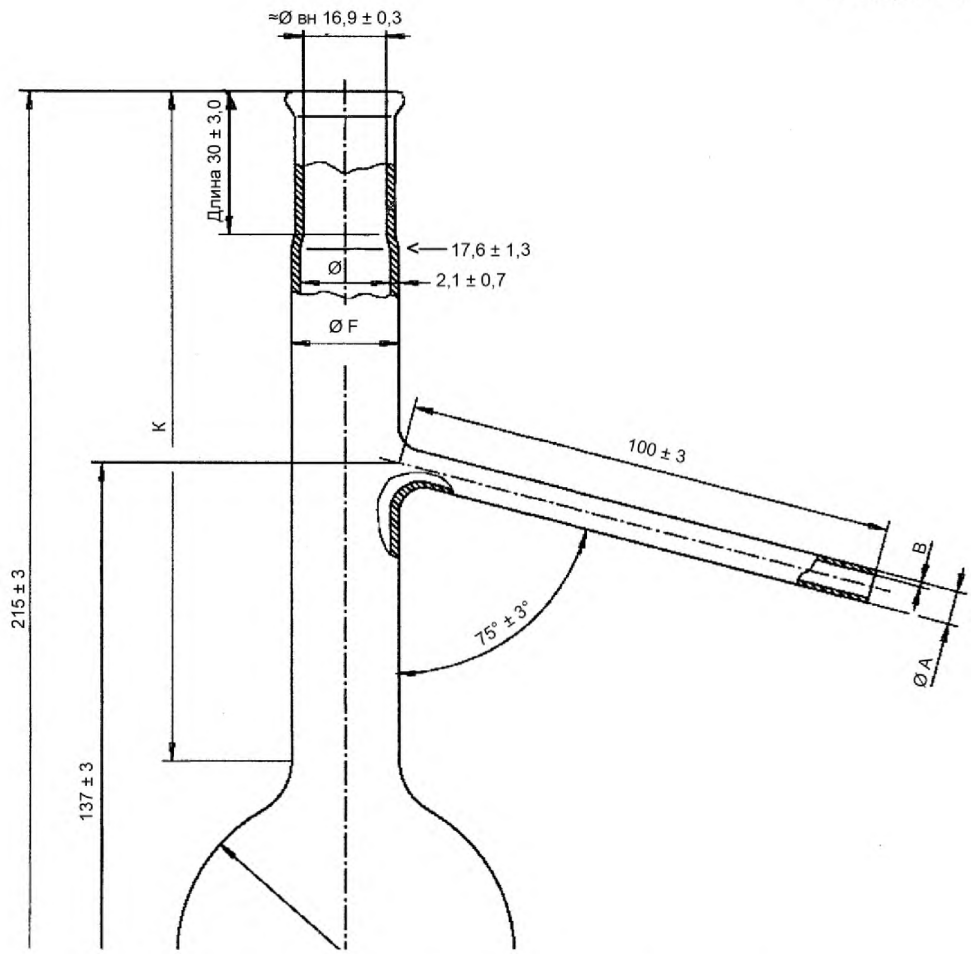


Рисунок А2.2 – Подробная схема верхнего участка горла колбы

А2.1.1 Межлабораторные и внутрилабораторные данные [9)], полученные для автомобильного бензина, керосина, топлива для турбореактивных двигателей, среднего дистиллятного и дизельного топлив, были подвергнуты оценке в соответствии с ASTM D6708, в результате которой было установлено, что применение поправки повышает степень соответствия между результатами, полученными при использовании колб из боросиликатного и кварцевого стекла. Величина поправки практически не имеет существенного значения. Применение поправки наиболее вероятно для IBP и FBP в случае автомобильного и дистиллятного топлив. Оптимизация параметров, установленных в настоящем стандарте в отношении IBP и FBP для автомобильного и дистиллятного топлив, может дополнительно минимизировать различия в значениях IBP и FBP, полученных методом настоящего стандарта при использовании колб из боросиликатного и кварцевого стекла.

А2.1.1.1 Для автомобильного топлива в диапазоне температур от 25 °С до 220 °С значения указанных поправок составляют: 1,0054 — для боросиликатного стекла, 0,73 — для кварцевого стекла.

А2.1.1.2 Для керосина, топлива для турбореактивных двигателей, среднего дистиллятного и дизельного топлив в диапазоне температур от 140 °С до 350 °С значение указанной поправки для боросиликатного стекла равно значению данной поправки для кварцевого стекла плюс 0,40.

[9)] Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1753. Служба работы с потребителями доступна по адресу

gost.e-ecolog.ru

А2.2 Холодильник и баня для холодильника

Типовые представители холодильника и бань для холодильников приведены на рисунках 1 и 2.

А2.2.1 Холодильник должен быть изготовлен из цельной трубки из нержавеющего металла длиной (560 ± 5) мм, внутренним диаметром 14 мм и толщиной стенки от 0,8 до 0,9 мм.

Примечание А2.3 – Установлено, что пригодным материалом для изготовления холодильника является латунь или нержавеющая сталь.

А2.2.2 Холодильник должен быть установлен таким образом, чтобы часть трубки длиной (393 ± 3) мм находилась в охлаждающей среде, верхний конец трубки выступал из охлаждающей бани на (50 ± 3) мм, а нижний конец на (114 ± 3) мм. Верхний выступающий конец трубки должен быть установлен под углом (75 ± 3)° относительно вертикальной оси. Часть трубки, расположенная внутри бани, может быть прямой или плавно изогнутой. Средний угол наклона относительно горизонтальной оси должен быть (15 ± 1)°, при этом ни один участок длиной 10 см не должен иметь угол наклона, отличающийся от (15 ± 3)°. Выступающий нижний участок трубки холодильника длиной 76 мм должен быть изогнут к низу и обрезан в нижнем конце под острым углом. Необходимо создать условия для обеспечения стекания дистиллята по стенке цилиндра-приемника. Этого можно добиться, используя аллонж, который присоединяют к выходному отверстию трубки. Также можно загнуть немного назад нижний участок трубки холодильника, чтобы он касался стенки цилиндра-приемника в точке, расположенной на расстоянии от 25 до 32 мм ниже верхней кромки цилиндра-приемника. На рисунке А2.3 приведена допустимая конфигурация нижнего конца трубки холодильника.

Размеры в миллиметрах

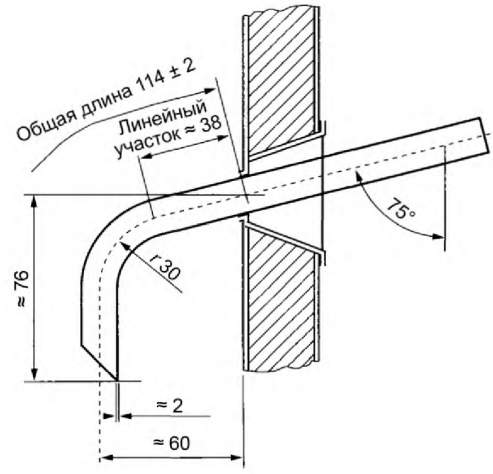


Рисунок А2.3 – Нижний конец трубки холодильника

А2.2.3 Вместимость и конструкция бани зависят от применяемой охлаждающей среды. Охлаждающая способность бани должна быть пригодной для поддержания требуемой температуры, необходимой для обеспечения надлежащего функционирования холодильника. Для нескольких трубок холодильника может использоваться одна охлаждающая баня.

А2.3 Металлический кожух для колбы (только для ручной установки)

А2.3.1 Кожух для газовой горелки (см. рисунок 1)

Назначением данного кожуха является обеспечение защиты оператора и удобного доступа к горелке и колбе для перегонки во время проведения испытания. Типовым является кожух высотой 480 мм, длиной 280 мм и шириной 200 мм, изготовленный из металлических пластин толщиной 0,8 мм. Кожух должен иметь как минимум одно окно для определения температуры конца кипения во время завершения процесса перегонки.

А2.3.2 Кожух для электрического нагревателя (см. рисунок 2)

Типовым является кожух высотой 440 мм, длиной 200 мм и шириной 200 мм, изготовленный из металлических пластин толщиной приблизительно 0,8 мм и имеющий окно на передней стенке. Кожух

должен иметь как минимум одно окно для определения температуры конца кипения во время завершения процесса перегонки.

А2.4 Источник нагревания

А2.4.1 Газовая горелка (см. рисунок 1), обеспечивающая образование первой капли конденсата за установленный период времени после включения нагревания и продолжение перегонки с заданной скоростью. Также должен быть предусмотрен чувствительный регулировочный ручной клапан и регулятор давления газа для обеспечения контроля за процессом нагревания.

А2.4.2 Электрический нагреватель (см. рисунок 2) с низкой тепловой инертностью.

Примечание А2.4 – Нагреватели с регулировкой мощности от 0 до 1000 Вт являются приемлемыми для применения в настоящем методе испытания.

А2.5 Подставка для колбы

А2.5.1 Тип 1

Подставку для колбы типа 1 используют совместно с газовой горелкой (см. рисунок 1). Данная подставка представляет собой обычную лабораторную кольцеобразную подставку диаметром 100 мм и более, которая удерживается на штативе внутри кожуха, или платформу, регулируемую с внешней стороны кожуха. На кольцо или платформу помещается твердая плита из керамики или другого термостойкого материала толщиной от 3 до 6 мм с отверстием в центре диаметром от 76 до 100 мм и размерами, которые незначительно меньше внутренних размеров экрана.

А2.5.2 Тип 2

Устройство для удерживания колбы типа 2 используют совместно с электрическим нагревателем (один из примеров приведен на рисунке 2). Устройство содержит регулируемую систему, на которую устанавливается электрический нагреватель с возможностью размещения над ним платформы для колбы (см. А2.6). Устройство в собранном виде регулируется с внешней стороны кожуха.

А2.6 Платформа для колбы

Платформа для колбы должна быть изготовлена из керамического или другого термостойкого материала и иметь толщину от 3 до 6 мм. Платформы для колб в зависимости от величины расположенного в центре отверстия, размеры которого приведены в таблице 3, делят на классы: А, В и С. Размеры платформы для колбы должны быть такими, чтобы подвод тепловой энергии к колбе осуществлялся только через центральное отверстие и иная тепловая энергия, подводимая к колбе не через центральное отверстие, была минимальной. (**Предупреждение –** Асбестсодержащие материалы не должны использоваться в конструкции платформы).

А2.7 Платформу для колбы можно незначительно смещать в различных направлениях в горизонтальной плоскости для расположения колбы для перегонки таким образом, чтобы прямое нагревание колбы осуществлялось только через отверстие в платформе. Обычно положение колбы корректируется регулировкой длины бокового отростка, вставленного в холодильник.

А2.8 Необходимо обеспечить условия для перемещения конструкции для удерживания колбы в вертикальном направлении таким образом, чтобы платформа для колбы непосредственно соприкасалась с дном колбы во время перегонки. Конструкция должна перемещаться вниз для упрощения установки и удаления колбы из аппарата для перегонки.

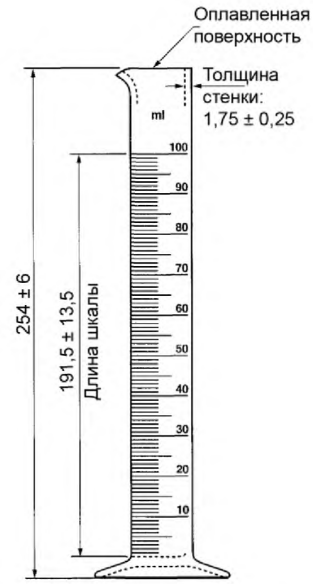
А2.9 Цилиндры-приемники

Вместимость цилиндров-приемников должна обеспечивать измерение и сбор (100 ± 1) мл продукта. Форма основания цилиндра должна быть такой, чтобы пустой цилиндр не опрокидывался при размещении на поверхности, расположенной под углом 13° относительно горизонтальной плоскости.

А2.9.1 Метод с использованием ручного оборудования

Цилиндр должен иметь шкалу с ценой деления 1 мл выше отметки, соответствующей 5 мл, и должен быть градуирован на 100 мл. Конструктивные особенности и допускаемые отклонения приведены на рисунке А2.4.

Размеры в миллиметрах



Примечание – Шкала с ценой деления 1 мл в диапазоне от 5 до 100 мл.

Рисунок А2.4 – Мерный цилиндр вместимостью 100 мл

А2.9.2 Метод с использованием автоматического оборудования

Цилиндр должен иметь размеры и параметры, приведенные на рисунке А2.4, за исключением того, что наличие делений ниже отметки, соответствующей 100 мл, допускается при условии, что они не препятствуют функционированию устройства для определения уровня конденсата. Цилиндры-приемники, предназначенные для использования в автоматических установках, могут также иметь металлическое основание.

А2.9.3 При необходимости приемник погружают во время перегонки на глубину выше отметки шкалы в 100 мл в охлаждающую жидкость, содержащуюся в охлаждающей бане, например в высоком химическом стакане из прозрачного стекла или пластмассы. Цилиндр-приемник можно также помещать в камеру термостатированной бани с циркуляцией воздуха.

А2.10 Цилиндр для измерения остатка

Градуированный, начиная с отметки 0,1 мл, мерный цилиндр вместимостью 5 или 10 мл с ценой малого деления шкалы 0,1 мл. Верхняя часть цилиндра может быть расширенной, остальные параметры должны соответствовать требованиям ASTM E1272.

А3 Определение разности между временем запаздывания электронной системы измерения температуры и стеклянного жидкостного термометра

А3.1 Время отклика электронного устройства измерения температуры является более коротким, чем время отклика стеклянного жидкостного термометра. Широко используемые устройства измерения температуры, представляющие собой датчик в корпусе и/или электронную систему с соответствующим программным обеспечением, моделируют запаздывание температуры, характерное для стеклянного жидкостного термометра.

А3.2 Для определения разности между временем запаздывания такой системы измерения температуры и стеклянного жидкостного термометра проводят испытание проб, например бензина, керосина, топлива для турбореактивных двигателей или легкого дизельного топлива, в соответствии с методом настоящего стандарта, используя электронную систему измерения температуры. В большинстве случаев перегонка при испытании осуществляется с использованием автоматической установки.

А3.2.1 Для данного испытания не допускается использовать чистые соединения, продукты с очень узким диапазоном кипения или синтетические смеси, состоящие менее чем из шести соединений.

А3.2.2 Наиболее точные результаты получают для проб, которые являются типовыми представителями группы проб, испытываемых лабораторией. Можно также использовать смесь всех представителей данной группы продуктов, интервал кипения которых от 5 % до 95 % составляет не менее 100 °С.

А3.3 Заменяют электронное устройство измерения температуры стеклянным жидкостным термометром с узким или широким диапазоном измерения в зависимости от диапазона кипения пробы.

А3.4 Проводят перегонку повторно с использованием данного термометра и записывают температуру при различных значениях процента отогнанного продукта в соответствии с 10.14.

А3.5 Вычисляют значения повторяемости, используя определенный угол наклона ($\Delta T/\Delta V$), для различных показаний, полученных при проведении испытания.

А3.6 Сравнивают результаты испытания, полученные с использованием данных двух устройств измерения температуры. Разность в любой точке не должна превышать повторяемость метода в данной точке. Если данная разность больше, заменяют электронное устройство измерения температуры и/или настраивают его электронику.

А4 Процедура определения процента выпаривания или процента отогнанного продукта при заданном значении температуры

А4.1 Во многих технических условиях установлены требования к значениям процента выпаривания или отогнанного продукта при заданных значениях температуры: максимальных, минимальных или диапазонах. Данные значения часто обозначают как Exxx или Rxxx, где xxx – заданная температура.

Примечание А4.1 – E200 и E300, означающие процент выпаривания при температурах перегонки 93,3 °С (200 °F) и 148,9 °С (300 °F) соответственно, определяют для реформулированного бензина. E158, означающий процент выпаривания при температуре перегонки 70 °С (158 °F), используется для описания свойств летучести топлив. Другими характерными показателями являются R200 для керосинов, R250 и R350 для газойлей, означающие процент отогнанного продукта при температурах 200 °С, 250 °С и 350 °С соответственно.

А4.2 Определяют барометрическое давление и вычисляют поправку к заданному значению температуры t = xxx °С (или t_f = xxx °F) по формулам (3), (4) или (5).

А4.2.1 Метод с использованием ручного оборудования

Определяют данную поправку с точностью до 0,5 °С (1 °F).

А4.2.2 Метод с использованием автоматического оборудования

Определяют данную поправку с точностью до 0,1 °С (0,2 °F).

А4.3 Определяют предполагаемое значение температуры, после корректирования которого на барометрическое давление будет получено заданное значение температуры xxx °С (или xxx °F). Для получения предполагаемого значения прибавляют абсолютное значение вычисленной поправки к значению заданной температуры, если барометрическое давление выше 101,3 кПа. Если барометрическое давление ниже 101,3 кПа, вычитают абсолютное значение вычисленной поправки из значения заданной температуры.

А4.4 Проводят перегонку согласно разделу 10 с учетом требований А4.5 и А4.6.

А4.5 Перегонка с использованием ручного оборудования

А4.5.1 В интервале ±10 °С от предполагаемого значения температуры, определенного в соответствии с А4.3, записывают значения температуры через каждый 1 % (V/V).

А4.5.2 Если перегонка проводится только для определения значений Exxx или Rxxx, перегонку можно прекратить после того, как будет собрано не менее 2 мл дистиллята после достижения требуемых температур. В другом случае перегонку продолжают в соответствии с разделом 10 и определяют процент потерь в соответствии с 11.1.

А4.5.2.1 Если перегонка проводится для определения значения Exxx и ее завершают после того, как будет собрано около 2 мл дистиллята после достижения заданной температуры, дистилляту дают стечь в мерный цилиндр. Содержимое колбы выдерживают для охлаждения до температуры ниже 40 °С и переливают в мерный цилиндр. Записывают объем продукта в мерном цилиндре с точностью до 0,5 мл через каждые 2 мин до отсутствия расхождения между двумя последовательными результатами определения.

А4.5.2.2 Количество продукта, отогнанного в мерный цилиндр, является процентом отгона. Количество потерь определяют вычитанием процента отгона из 100,0.

А4.6 Автоматическая перегонка

А4.6.1 В интервале ±10 °С от предполагаемого значения температуры, определенного в соответствии с А4.3, записывают значения температуры через каждый 0,1 % (*V/V*) или меньшие интервалы.

А4.6.2 Перегонку продолжают в соответствии с разделом 10 и определяют процент потерь в соответствии с 11.1.

А4.7 Расчеты

А4.7.1 Метод с использованием ручного оборудования

Если значение процента отогнанного продукта при температуре, вычисленной в соответствии с А4.3, неизвестно, процент отогнанного продукта определяют интерполяцией с использованием двух наиболее близких значений. Допускается использовать арифметический метод в соответствии с 11.6.1 или графический метод в соответствии с 11.6.2. Процент отогнанного продукта равен Rxxx.

А4.7.2 Метод с использованием автоматической аппаратауры

Записывают отмеченное значение объема с точностью до 0,1 % (*V/V*), соответствующее значению температуры, наиболее близкому к предполагаемому. Данное значение объема является процентом отогнанного продукта или Rxxx.

А4.7.3 Методы с использованием ручного и автоматического оборудования

Для определения значений Exxx прибавляют согласно формуле (9) процент потерь к проценту отогнанного продукта Rxxx, определенному в соответствии с А4.7.1 и А4.7.2.

А4.7.3.1 Скорректированные значения потерь согласно 12.6 не используют.

А4.8 Прецизионность

Статистическое определение показателей прецизионности для процента выпаривания и процента отогнанного продукта при установленной температуре было проведено в соответствии с ASTM D6300 при выполнении программы межлабораторных испытаний в 2005 году [10)]. В таблице А4.1 приведена обобщенная формула для расчета показателей прецизионности для процента выпаривания для топлив. В таблице А4.2 приведены показатели прецизионности для процента отогнанного продукта для дизельного топлива. Приведенные показатели прецизионности действительны только для установленного диапазона температур. Оценка прецизионности для значений температур, выходящих за пределы установленного диапазона, может быть проведена путем вычислений в соответствии с процедурами, приведенными в А4.10, и с использованием таблиц с показателями прецизионности, приведенными в приложении А1.

Таблица А4.1 – Прецизионность определения процента выпаривания при установленной температуре. Бензин (обобщенная формула)

Действительно в диапазоне Е70 °С – Е180 °С (Автоматическое оборудование)		
Автоматическое оборудование	r	R
где X – процент выпаривания при установленной температуре	0,00836·(150 – X)	0,0200·(150 – X)

Таблица А4.2 – Прецизионность определения процента отогнанного продукта при установленной температуре. Дизельное топливо (Rxxx)

Действительно в диапазоне Е70 °С – Е180 °С (Автоматическое оборудование)		
Автоматическое оборудование	R200C, R250C, R300C	
	r	R
	1,07	2,66

А4.9 Статистическое определение прецизионности процентов выпаривания или отогнанного продукта при заданной температуре непосредственно в рамках межлабораторной программы не проводилось. Прецизионность процентов выпаривания или отогнанного продукта при заданной температуре эквивалентна прецизионности измерения температуры в данной точке, деленной на скорость из-

[10)] Подтверждающие материалы (результаты программы совместных межлабораторных испытаний 2005 года) хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1621.

менения температуры по отношению к процентам выпаривания или отогнанного продукта. Прецизионность будет меньшей при высоких значениях угла наклона.

А4.10 Вычисляют угол наклона или скорость изменения температуры S_C (или S_F) в соответствии с А4.10.1 и формулой (А4.1), используя значения температуры, ограничивающие участок, включающий требуемую температуру.

А4.10.1 Угол наклона или скорость изменения температуры

А4.10.1.1 Для определения прецизионности результатов испытания, как правило, необходимо определить угол наклона или скорость изменения температуры в определенной точке. Данная переменная, обозначаемая S_C или S_F, равна изменению температуры в градусах Цельсия или градусах Фаренгейта соответственно на один процент отогнанного продукта или выпаривания.

А4.10.1.2 Для определения прецизионности температуры начала кипения (IBP) и температуры выкипания (EP) вычисление угла наклона не требуется.

А4.10.1.3 Кроме случаев, указанных в А4.10.1.2, угол наклона в любой момент времени при перегонке вычисляют с использованием значений, приведенных в таблице А4.3, по формуле

$$S_C \text{ (или } S_F) = (T_U - T_L)/(V_U - V_L), \quad \text{(А4.1)}$$

где S_C – угол наклона, °C/% (*V*/*V*);
S_F – угол наклона, °F/% (*V*/*V*);
T_U – высшая температура, °C (или °F);
T_L – низшая температура, °C (или °F);
V_U – процент отогнанного продукта или выпаривания, соответствующий T_U;
V_L – процент отогнанного продукта или выпаривания, соответствующий T_L;
V_{EP} – процент отогнанного продукта или выпаривания, соответствующий температуре выкипания.

Таблица А4.3 – Значения точек для определения угла наклона S_C или S_F

Процент отогнанного продукта или выпаривания, для которого определяется угол наклона	IBP	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95	EP
Процент отогнанного продукта или выпаривания, соответствующий T_L	0	0	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	95
Процент отогнанного продукта или выпаривания, соответствующий T_U	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	90	95	V_{EP}
$V_U - V_L$	5	10	20	20	20	20	20	20	20	20	10	5	$V_{EP} - 95$

А4.10.1.4 Если температура выкипания ниже точки отгона 95 %, угол наклона в точке, соответствующей температуре выкипания, вычисляют по формуле

$$S_C \text{ (или } S_F) = (T_{EP} - T_{HR})/(V_{EP} - V_{HR}), \quad \text{(А4.2)}$$

где T_{EP} или T_{HR} – температура, °C или °F, при проценте отогнанного продукта, указанном в нижнем индексе;
V_{EP} или V_{HR} – процент отогнанного продукта;
нижний индекс EP – температура выкипания;
нижний индекс HR – наибольшее значение (80 % или 90 %) до достижения температуры выкипания.

А4.10.1.5 Для точек, не приведенных в таблице А4.3 и расположенных между 10 % и 85 %, угол наклона вычисляют по формуле

$$S_C \text{ (или } S_F) = 0{,}05\ (T_{(V+10)} - T_{(V-10)}). \quad \text{(А4.3)}$$

А4.10.2 Вычисляют повторяемость *r* и воспроизводимость *R*, используя значения угла наклона S_C (или S_F) и данные таблиц А4.4 и А4.5.

Таблица А4.4 – Повторяемость и воспроизводимость для продуктов группы 1

Процент выпаривания	Ручной метод			
	Повторяемость[A]		Воспроизводимость[A]	
	°C	°F	°C	°F
IBP	3,3	6	5,6	10
5	1,9 + 0,86S_C	3,4 + 0,86S_F	3,1 + 1,74S_C	5,6 + 1,74S_F
10	1,2 + 0,86S_C	2,2 + 0,86S_F	2,0 + 1,74S_C	3,6 + 1,74S_F
20	1,2 + 0,86S_C	2,2 + 0,86S_F	2,0 + 1,74S_C	3,6 + 1,74S_F
30 – 70	1,2 + 0,86S_C	2,2 + 0,86S_F	2,0 + 1,74S_C	3,6 + 1,74S_F
80	1,2 + 0,86S_C	2,2 + 0,86S_F	2,0 + 1,74S_C	3,6 + 1,74S_F
90	1,2 + 0,86S_C	2,2 + 0,86S_F	0,8 + 1,74S_C	1,4 + 1,74S_F
95	1,2 + 0,86S_C	2,2 + 0,86S_F	1,1 + 1,74S_C	1,9 + 1,74S_F
FBP	3,9	7	7,2	13

[A] S_C или S_F – среднеарифметические значения угла наклона (или скорости изменения), вычисленные в соответствии с А4.10.1. Показатели прецизионности, приведенные в таблице А4.4, получены в результате анализа исследовательских отчетов лабораторий Северной Америки и Института энергии при использовании ручного и автоматического метода настоящего стандарта.

Таблица А4.5 – Повторяемость и воспроизводимость для продуктов групп 2, 3 и 4 (метод с использованием ручного оборудования)

	Повторяемость[A]		Воспроизводимость[A]	
	°C	°F	°C	°F
IBP	1,0 + 0,35S_C	1,9 + 0,35S_F	2,8 + 0,93S_C	5,0 + 0,93S_F
5 % – 95 %	1,0 + 0,41S_C	1,8 + 0,41S_F	1,8 + 1,33S_C	3,3 + 1,33S_F
FBP	0,7 + 0,36S_C	1,3 + 0,36S_F	3,1 + 0,42S_C	5,7 + 0,42S_F
% (*V*/*V*) при значении температуры	0,7 + 0,92/S_C	0,7 + 1,66/S_F	1,5 + 1,78/S_C	1,53 + 3,20/S_F

[A] S_C или S_F – среднеарифметические значения угла наклона (или скорости изменения), вычисленные в соответствии с А4.10.1. Данные таблицы А4.5 получены с использованием номограмм, приведенных в ASTM D 86-97 (рисунки 6 и 7).

А4.10.3 Определяют повторяемость и/или воспроизводимость процента выпаривания или отогнанного продукта при заданной температуре по формулам:

$$r_{\%\,(V/V)} = r/S_C(S_F), \quad \text{(А4.4)}$$

$$R_{\%\,(V/V)} = R/S_C(S_F), \quad \text{(А4.5)}$$

где $r_{\%\,(V/V)}$ – повторяемость процента выпаривания или отогнанного продукта;

$R_{\%\,(V/V)}$ – воспроизводимость процента выпаривания или отогнанного продукта;

r – повторяемость температуры для заданного значения температуры при отмеченном проценте перегнанного продукта;

R – воспроизводимость температуры для заданного значения температуры при отмеченном проценте перегнанного продукта;

$S_C(S_F)$ – скорость изменения показания температуры, °C (°F), относительно изменения процента выпаривания или отгона.

А4.10.4 Примеры вычисления повторяемости и воспроизводимости приведены в приложении Х2.

Приложения Х
(справочные)

Х1 Примеры расчета данных, которые указываются в протоколе испытания

Х1.1 Отмеченные во время перегонки данные, используемые для расчета в примерах, приведены ниже и указаны в первых трех колонках на рисунке Х1.1.

Наименование продукта:
Дата испытания:
Номер оборудования: Барометрическое давление: 98,6 кПа
Комментарии: Аналитик:

	Барометрическое давление				Арифметический метод		
	отмеченное 98,6 кПа (740 мм рт. ст.)		скорректированное 101,3 кПа (760 мм рт. ст.)		$T_{выпаривания}$		
% отогнанного продукта	°C	°F	°C	°F	% выпаривания	°C	°F
IBP	25,5	78	26,2	79,2	5	26,7	80,0
5	33,0	91	33,7	92,7	10	34,1	93,4
10	39,5	103	40,3	104,5	15	40,7	105,2
15	46,0	115	46,8	116,2	20	47,3	117,1
20	54,5	130	55,3	131,5	30	65,7	150,2
30	74,0	165	74,8	166,7	40	84,9	184,9
40	93,0	199	93,9	201,0	50	101,9	215,3
50	108,0	226	108,9	228,0	60	116,9	242,4
60	123,0	253	124,0	255,1	70	134,1	273,3
70	142,0	288	143,0	289,4	80	156,0	312,8
80	166,5	332	167,6	333,6	85	168,4	335,1
85	180,5	357	181,6	358,9	90	182,8	361,0
90	200,4	393	201,6	394,8	95	202,4	396,3
EP	215,0	419	216,2	421,1			

Отгон, %	94,2	95,3
Остаток, %	1,1	1,1
Потери, %	4,7	3,6

Рисунок Х1.1 – Пример протокола испытания

Х1.1.1 Корректировку значений температуры (см. 11.3) на давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.) проводят следующим образом:

- скорректированное значение (°C) = 0,0009 (101,3 – 98,6) (273 + t_C); (Х1.1)

- скорректированное значение (°F) = 0,00012 (760 – 740)(460 + t_f). (Х1.2)

Х1.1.2 Корректировку процента потерь на давление 101,3 кПа (см. 11.4) проводят следующим образом (данные для примеров взяты из рисунка Х1.1):

- скорректированные потери = (0,5 +(4,7 – 0,5)/{1 + (101,3 – 98,6)/8,0} = 3,6. (Х1.3)

Х1.1.3 Корректировку процента отгона на давление 101,3 кПа (см. 11.4.1) проводят следующим образом (данные для примеров взяты из рисунка Х1.1):

- скорректированный отгон = 94,2 +(4,7 – 3,6) = 95,3. (Х1.4)

X1.2 Значения температуры при заданном проценте выпаривания

X1.2.1 Показание температуры при 10 % выпаривания (процент отогнанного продукта равен 5,3, процент потерь – 4,7) (см. 11.6.1) вычисляют следующим образом:

$$T_{10E}(°C) = 33,7 + [(40,3 – 33,7)(5,3 – 5)/(10 – 5)] = 34,1\ °C; \quad (X1.5)$$

$$T_{10E}(°F) = 92,7 + [(104,5 – 92,7)(5,3 – 5)/(10 – 5)] = 93,1\ °F. \quad (X1.6)$$

X1.2.2 Значение температуры при 50 % выпаривания (процент отогнанного продукта равен 45,3) (см. 11.6.1) вычисляют следующим образом:

$$T_{50E}(°C) = 93,9 + [(108,9 – 93,9)(45,3 – 40)/(50 – 40)] = 101,9\ °C; \quad (X1.7)$$

$$T_{50E}(°F) = 201 + [(228 – 201)(45,3 – 40)/(50 – 40)] = 215,3\ °F. \quad (X1.8)$$

X1.2.3 Значение температуры при 90 % выпаривания (процент отогнанного продукта равен 85,3) (см. 11.6.1) вычисляют следующим образом:

$$T_{90E}(°C) = 181,6 + [(201,6 – 181,6)(85,3 – 85)/(90 – 85)] = 182,8\ °C; \quad (X1.9)$$

$$T_{90E}(°F) = 358,9 + [(394,8 – 358,9)(85,3 – 85)/(90 – 85)] = 361,0\ °F. \quad (X1.10)$$

X1.2.4 Значение температуры при 90 % выпаривания (85,3 % отгона), не скорректированное на давление 101,3 кПа (см. 11.6.1), вычисляют следующим образом:

$$T_{90E}(°C) = 180,5 + [(200,4 – 180,5)(85,3 – 85)/(90 – 85)] = 181,7\ °C; \quad (X1.11)$$

$$T_{90E}(°F) = 357 + [(392 – 357)(85,3 – 85)/(90 – 85)] = 359,1\ °F. \quad (X1.12)$$

Примечание X1.1 – Результаты, вычисленные с использованием данных, выраженных в градусах Цельсия, могут отличаться от результатов, вычисленных с использованием данных, выраженных в градусах Фаренгейта, из-за погрешности округления.

X2 Примеры вычисления повторяемости и воспроизводимости процентов выпаривания или отогнанного продукта при заданном показании температуры

X2.1 В некоторых технических условиях установлено требование к процентам выпаривания или отогнанного продукта при заданной температуре. В таблице X2.1 приведены данные, полученные при проведении перегонки с использованием автоматической установки, для пробы продукта группы 1.

Таблица X2.1 – Данные по автоматической перегонке пробы группы 1

Точка отгона, мл	Температура, °C	Температура, °F	Объем отгона при 93,3 °C (200 °F), мл
–	–	–	18,0
10	84	183	
20	94	202	
30	103	217	
40	112	233	
Точка выпаривания, мл	Температура, °C	Температура, °F	Объем выпаренного продукта при 93,3 °C (200 °F), мл
–	–	–	18,4
10	83	182	
20	94	201	
30	103	217	
40	111	232	

X2.2 Примеры вычислений

X2.2.1 Для пробы продукта группы 1 с фракционным составом согласно таблице X2.1, определенным с использованием автоматической установки, повторяемость процента выпаривания $R_{\%\ (V/V)}$ при 93,3 °C (200 °F) определяют следующим образом.

X2.2.1.1 Сначала определяют угол наклона при требуемой температуре

$$S_C\ \% = 0{,}1\ (T_{(20)} - T_{(10)}) = 0{,}1(94 - 83) = 1{,}1;$$

$$S_F\ \% = 0{,}1\ (T_{(20)} - T_{(10)}) = 0{,}1(201 - 182) = 1{,}9. \qquad \text{(X2.1)}$$

X2.2.2 Используя данные таблицы А4.4, определяют воспроизводимость R для полученного процента отогнанного продукта. В описываемом примере полученное значение процента отогнанного продукта равно 18 % и

$$R = 2{,}0 + 1{,}74(S_C) = 2{,}0 + 1{,}74 \times 1{,}1 = 3{,}9;$$

$$R = 3{,}6 + 1{,}74(S_F) = 3{,}6 + 1{,}74 \times 1{,}9 = 6{,}9. \qquad \text{(X2.2)}$$

X2.2.3 Используя вычисленные значения R, определяют значение объема в соответствии с А4.10

$$R_{\%\,(V/V)} = R/(S_C) = 3{,}9/1{,}1 = 3{,}5;$$

$$R_{\%\,(V/V)} = R/(S_F) = 6{,}9/1{,}9 = 3{,}6. \qquad \text{(X2.3)}$$

X3 Таблицы для определения скорректированных значений процента потерь по значениям процента потерь и барометрического давления

X3.1 Таблицу, представленную на рисунке X3.1, можно использовать для определения скорректированного процента потерь по значениям процента потерь и барометрического давления, выраженного в килопаскалях.

X3.2 Таблицу, представленную на рисунке X3.2, можно использовать для определения скорректированного процента потерь по значениям процента потерь и барометрического давления, выраженного в миллиметрах ртутного столба.

Барометрическое давление, кПа

От	76,1	80,9	84,5	87,3	89,6	91,5	93,1	94,1	95,5	96,4	97,2	97,9	98,4	98,9	99,5	100,0	100,4	100,8	101,2	101,5	102,0	102,4	102,8	103,2
До	80,8	84,4	87,2	89,5	91,4	93,0	94,0	95,4	96,3	97,1	97,8	98,3	98,8	99,4	99,9	100,3	100,7	101,1	101,4	101,9	102,3	102,7	103,1	103,5
Опреде-ленные значения процента потерь	/--Скорректированные значения процента потерь----->																							
Целые																								
0	0,37	0,35	0,33	0,31	0,29	0,27	0,25	0,23	0,20	0,18	0,16	0,14	0,13	0,11	0,09	0,06	0,04	0,02	-0,00	-0,02	-0,06	-0,09	-0,13	-0,17
1	0,63	0,65	0,67	0,69	0,71	0,73	0,75	0,78	0,80	0,82	0,84	0,86	0,87	0,89	0,92	0,94	0,96	0,98	1,00	1,03	1,06	1,09	1,13	1,17
2	0,89	0,95	1,01	1,08	1,14	1,20	1,26	1,33	1,40	1,46	1,52	1,57	1,62	1,68	1,75	1,81	1,87	1,94	2,00	2,08	2,17	2,27	2,38	2,51
3	1,15	1,25	1,36	1,46	1,57	1,67	1,77	1,88	1,99	2,09	2,19	2,28	2,37	2,47	2,58	2,69	2,79	2,90	3,00	3,13	3,29	3,45	3,63	3,84
4	1,41	1,56	1,70	1,84	1,99	2,14	2,28	2,43	2,59	2,73	2,87	3,00	3,12	3,26	3,41	3,56	3,70	3,85	4,00	4,18	4,40	4,63	4,89	5,18
5	1,68	1,86	2,04	2,23	2,42	2,61	2,79	2,98	3,19	3,37	3,55	3,71	3,87	4,05	4,25	4,44	4,62	4,81	5,00	5,23	5,51	5,81	6,14	6,52
6	1,94	2,16	2,39	2,61	2,84	3,08	3,30	3,53	3,78	4,01	4,23	4,42	4,62	4,84	5,08	5,31	5,53	5,77	6,00	6,28	6,63	6,99	7,40	7,86
7	2,20	2,46	2,73	3,00	3,27	3,55	3,80	4,08	4,38	4,65	4,90	5,14	5,37	5,63	5,91	6,18	6,44	6,73	7,00	7,33	7,74	8,17	8,65	9,20
8	2,46	2,76	3,07	3,38	3,70	4,02	4,31	4,63	4,98	5,28	5,58	5,85	6,12	6,41	6,74	7,06	7,36	7,69	8,00	8,38	8,86	9,35	9,90	10,53
9	2,72	3,07	3,41	3,76	4,12	4,49	4,82	5,18	5,57	5,92	6,26	6,56	6,87	7,20	7,57	7,93	8,27	8,65	9,00	9,43	9,97	10,53	11,16	11,87
10	2,98	3,37	3,76	4,15	4,55	4,96	5,33	5,73	6,17	6,56	6,94	7,28	7,62	7,99	8,41	8,81	9,19	9,60	10,00	10,48	11,08	11,71	12,41	13,21
11	3,24	3,67	4,10	4,53	4,97	5,43	5,84	6,28	6,77	7,20	7,61	7,99	8,37	8,78	9,24	9,68	10,10	10,56	11,00	11,53	12,20	12,89	13,67	14,55
12	3,50	3,97	4,44	4,92	5,40	5,90	6,35	6,83	7,36	7,84	8,29	8,71	9,12	9,57	10,07	10,56	11,02	11,52	12,00	12,59	13,31	14,07	14,92	15,89
13	3,76	4,27	4,78	5,30	5,83	6,36	6,86	7,39	7,96	8,47	8,97	9,42	9,86	10,36	10,90	11,43	11,93	12,48	13,00	13,64	14,43	15,25	16,17	17,22
14	4,03	4,58	5,13	5,69	6,25	6,83	7,36	7,94	8,56	9,11	9,64	10,13	10,61	11,15	11,74	12,31	12,85	13,44	14,00	14,69	15,54	16,43	17,43	18,56
15	4,29	4,88	5,47	6,07	6,68	7,30	7,87	8,49	9,15	9,75	10,32	10,85	11,36	11,93	12,57	13,18	13,76	14,40	15,00	15,74	16,66	17,61	18,68	19,90
16	4,55	5,18	5,81	6,45	7,10	7,77	8,38	9,04	9,75	10,39	11,00	11,56	12,11	12,72	13,40	14,06	14,68	15,36	16,00	16,79	17,77	18,79	19,94	21,24
17	4,81	5,48	6,16	6,84	7,53	8,24	8,89	9,59	10,35	11,03	11,68	12,27	12,86	13,51	14,23	14,93	15,59	16,31	17,00	17,84	18,88	19,97	21,19	22,58
18	5,07	5,78	6,50	7,22	7,96	8,71	9,40	10,14	10,94	11,66	12,35	12,99	13,61	14,30	15,07	15,80	16,50	17,27	18,00	18,89	20,00	21,15	22,44	23,91
19	5,33	6,08	6,84	7,61	8,38	9,18	9,91	10,69	11,54	12,30	13,03	13,70	14,36	15,09	15,90	16,68	17,42	18,23	19,00	19,94	21,11	22,33	23,70	25,25
20	5,59	6,39	7,18	7,99	8,81	9,65	10,41	11,24	12,14	12,94	13,71	14,41	15,11	15,88	16,73	17,55	18,33	19,19	20,00	20,99	22,23	23,51	24,95	26,59
Десятые																								
0,0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,1	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10	0,11	0,11	0,12	0,13	0,13
0,2	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,14	0,15	0,16	0,17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,24	0,25	0,27
0,3	0,08	0,09	0,10	0,12	0,13	0,14	0,15	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,38	0,40
0,4	0,10	0,12	0,14	0,15	0,17	0,19	0,20	0,22	0,24	0,26	0,27	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,37	0,38	0,40	0,42	0,45	0,47	0,50	0,54
0,5	0,13	0,15	0,17	0,19	0,21	0,23	0,25	0,28	0,30	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,42	0,44	0,46	0,48	0,50	0,53	0,56	0,59	0,63	0,67
0,6	0,16	0,18	0,21	0,23	0,26	0,28	0,31	0,33	0,36	0,38	0,41	0,43	0,45	0,47	0,50	0,52	0,55	0,58	0,60	0,63	0,67	0,71	0,75	0,80
0,7	0,18	0,21	0,24	0,27	0,30	0,33	0,36	0,39	0,42	0,45	0,47	0,50	0,52	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,74	0,78	0,83	0,88	0,94
0,8	0,21	0,24	0,27	0,31	0,34	0,38	0,41	0,44	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,67	0,70	0,73	0,77	0,80	0,84	0,89	0,94	1,00	1,07
0,9	0,24	0,27	0,31	0,35	0,38	0,42	0,46	0,50	0,54	0,57	0,61	0,64	0,67	0,71	0,75	0,79	0,82	0,86	0,90	0,95	1,00	1,06	1,13	1,20

Рисунок Х3.1 – Определение скорректированных значений процента потерь по значениям процента потерь и барометрического давления в килопаскалях

Барометрическое давление, мм рт. ст.

От	571	607	634	655	672	686	698	706	716	723	729	734	738	742	746	750	753	756	759	762	765	768	771	774
До	606	633	654	671	685	697	705	715	722	728	733	737	741	745	749	752	755	758	761	764	767	770	773	776
Определенные значения процента потерь	/--Скорректированные значения процента потерь----->																							
Целые																								
0	0,37	0,35	0,33	0,31	0,29	0,27	0,25	0,23	0,20	0,18	0,16	0,14	0,13	0,11	0,09	0,07	0,05	0,02	-0,00	-0,03	-0,06	-0,09	-0,13	-0,17
1	0,63	0,65	0,67	0,69	0,71	0,73	0,75	0,77	0,80	0,82	0,84	0,86	0,87	0,89	0,91	0,93	0,95	0,98	1,00	1,03	1,06	1,09	1,13	1,17
2	0,89	0,95	1,01	1,07	1,14	1,20	1,26	1,32	1,39	1,45	1,51	1,57	1,62	1,68	1,74	1,80	1,86	1,93	2,00	2,08	2,17	2,27	2,38	2,50
3	1,15	1,25	1,36	1,46	1,56	1,67	1,77	1,87	1,99	2,09	2,19	2,28	2,36	2,46	2,57	2,67	2,77	2,88	3,00	3,13	3,28	3,44	3,63	3,83
4	1,41	1,55	1,70	1,84	1,99	2,14	2,27	2,42	2,58	2,72	2,86	2,99	3,11	3,25	3,40	3,54	3,68	3,83	4,00	4,19	4,39	4,62	4,88	5,17
5	1,67	1,86	2,04	2,22	2,41	2,61	2,78	2,97	3,18	3,36	3,54	3,70	3,86	4,03	4,23	4,41	4,59	4,79	5,00	5,24	5,50	5,80	6,13	6,50
6	1,93	2,16	2,38	2,61	2,84	3,07	3,29	3,52	3,77	3,99	4,21	4,41	4,60	4,82	5,05	5,28	5,50	5,74	6,00	6,29	6,61	6,97	7,38	7,84
7	2,19	2,46	2,72	2,99	3,26	3,54	3,79	4,07	4,36	4,63	4,88	5,12	5,35	5,60	5,88	6,15	6,41	6,69	7,00	7,34	7,72	8,15	8,63	9,17
8	2,46	2,76	3,07	3,37	3,69	4,01	4,30	4,62	4,96	5,27	5,56	5,83	6,09	6,38	6,71	7,02	7,32	7,64	8,00	8,40	8,84	9,33	9,88	10,50
9	2,72	3,06	3,41	3,76	4,11	4,48	4,81	5,17	5,55	5,90	6,23	6,54	6,84	7,17	7,54	7,89	8,23	8,60	9,00	9,45	9,95	10,50	11,13	11,84
10	2,98	3,36	3,75	4,14	4,54	4,94	5,31	5,71	6,15	6,54	6,91	7,25	7,58	7,95	8,37	8,76	9,14	9,55	10,00	10,50	11,06	11,68	12,38	13,17
11	3,24	3,66	4,09	4,52	4,96	5,41	5,82	6,26	6,74	7,17	7,58	7,96	8,33	8,74	9,19	9,63	10,05	10,50	11,00	11,56	12,17	12,86	13,63	14,51
12	3,50	3,96	4,43	4,91	5,39	5,88	6,33	6,81	7,34	7,81	8,26	8,67	9,07	9,52	10,02	10,50	10,96	11,46	12,00	12,61	13,28	14,03	14,88	15,84
13	3,76	4,27	4,78	5,29	5,81	6,35	6,83	7,36	7,93	8,44	8,93	9,38	9,82	10,31	10,85	11,37	11,87	12,41	13,00	13,66	14,39	15,21	16,13	17,17
14	4,02	4,57	5,12	5,67	6,24	6,82	7,34	7,91	8,53	9,08	9,61	10,09	10,57	11,09	11,68	12,24	12,78	13,36	14,00	14,71	15,51	16,39	17,38	18,51
15	4,28	4,87	5,46	6,06	6,66	7,28	7,85	8,46	9,12	9,71	10,28	10,80	11,31	11,88	12,51	13,11	13,68	14,31	15,00	15,77	16,62	17,57	18,63	19,84
16	4,54	5,17	5,80	6,44	7,09	7,75	8,35	9,01	9,72	10,35	10,95	11,51	12,06	12,66	13,33	13,98	14,59	15,27	16,00	16,82	17,73	18,74	19,88	21,18
17	4,80	5,47	6,14	6,82	7,51	8,22	8,86	9,56	10,31	10,98	11,63	12,22	12,80	13,45	14,16	14,85	15,50	16,22	17,00	17,87	18,84	19,92	21,13	22,51
18	5,06	5,77	6,49	7,21	7,94	8,69	9,37	10,11	10,91	11,62	12,30	12,93	13,55	14,23	14,99	15,72	16,41	17,17	18,00	18,93	19,95	21,10	22,38	23,84
19	5,32	6,07	6,83	7,59	8,36	9,15	9,88	10,65	11,50	12,25	12,98	13,64	14,29	15,02	15,82	16,59	17,32	18,12	19,01	19,98	21,06	22,27	23,64	25,18
20	5,58	6,37	7,17	7,97	8,79	9,62	10,38	11,20	12,09	12,89	13,65	14,35	15,04	15,80	16,64	17,46	18,23	19,08	20,01	21,03	22,17	23,45	24,89	26,51
Десятые																								
0,0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,1	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,09	0,09	0,10	0,10	0,11	0,11	0,12	0,13	0,13
0,2	0,05	0,06	0,07	0,08	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,24	0,25	0,27
0,3	0,08	0,09	0,10	0,11	0,13	0,14	0,15	0,16	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,24	0,25	0,26	0,27	0,29	0,30	0,32	0,33	0,35	0,38	0,40
0,4	0,10	0,12	0,14	0,15	0,17	0,19	0,20	0,22	0,24	0,25	0,27	0,28	0,30	0,31	0,33	0,35	0,36	0,38	0,40	0,42	0,44	0,47	0,50	0,53
0,5	0,13	0,15	0,17	0,19	0,21	0,23	0,25	0,27	0,30	0,32	0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,43	0,45	0,48	0,50	0,53	0,56	0,59	0,63	0,67
0,6	0,16	0,18	0,21	0,23	0,25	0,28	0,30	0,33	0,36	0,38	0,40	0,43	0,45	0,47	0,50	0,52	0,55	0,57	0,60	0,63	0,67	0,71	0,75	0,80
0,7	0,18	0,21	0,24	0,27	0,30	0,33	0,35	0,38	0,42	0,44	0,47	0,50	0,52	0,55	0,58	0,61	0,64	0,67	0,70	0,74	0,78	0,82	0,88	0,93
0,8	0,21	0,24	0,27	0,31	0,34	0,37	0,41	0,44	0,48	0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70	0,73	0,76	0,80	0,84	0,89	0,94	1,00	1,07
0,9	0,23	0,27	0,31	0,34	0,38	0,42	0,46	0,49	0,54	0,57	0,61	0,64	0,67	0,71	0,75	0,78	0,82	0,86	0,90	0,95	1,00	1,06	1,13	1,20

Рисунок Х3.2 – Определение скорректированных значений процента потерь по значениям процента потерь и барометрического давления в миллиметрах ртутного столба

X4 Процедура имитации погрешности, обусловленной выступающим столбиком ртути стеклянных жидкостных термометров

X4.1 При использовании электронного или другого датчика, который не обладает погрешностью, обусловленной выступающим столбиком ртути, выходной сигнал данного датчика или связанной с ним системы обработки данных должен имитировать показания стеклянного жидкостного термометра. Согласно информации, предоставленной четырьмя изготовителями автоматического оборудования, отвечающей требованиям настоящего стандарта, для корректировки используются усредненные уравнения, приведенные в X4.2 и X4.3.

X4.1.1 Уравнение, указанное в X4.2, имеет ограниченное применение и приведено в качестве справочной информации. Кроме поправки на выступающий столбик ртути, электронный датчик и связанная с ним система обработки данных также должны имитировать запаздывание времени отклика, которое характерно для стеклянных жидкостных ртутных термометров.

X4.2 При использовании термометра с узким диапазоном измерения ниже 20 °C поправка на выступающий столбик ртути не применяется. Скорректированное значение вышеуказанной температуры вычисляют по формуле

$$\text{ASTM 7C } T_{elr} = T_t - 0{,}000162 \times (T_t - 20\ °C)^2. \quad \text{(X4.1)}$$

X4.3 При использовании термометра с широким диапазоном измерения ниже 35 °C поправка на выступающий столбик ртути не применяется. Скорректированное значение вышеуказанной температуры вычисляют по формуле

$$\text{ASTM 8C } T_{ehr} = T_t - 0{,}000131 \times (T_t - 35\ °C)^2, \quad \text{(X4.2)}$$

где T_{elr} – имитированная температура для термометров с узким диапазоном измерения, °C;
T_{ehr} – имитированная температура для термометров с широким диапазоном измерения, °C;
T_t – действительное значение температуры, °C.

X5 Формы развернутого протокола испытаний

X5.1 На рисунках X5.1 и X5.2 приведены формы протоколов испытаний.

Форма протокола испытания «Процент отогнанного продукта»

Дата:
Время:
Оператор:

Температура окружающей среды, °С	
Атмосферное давление, кПа	
Температура холодильника, °С	
Температура бани вокруг цилиндра-приемника, °С	

Процент отогнанного продукта	Скорректированное значение температуры, °С	Время или мл/мин
IBP		
5		
10		
15		
20		
25		
30		
35		
40		
45		
50		
55		
60		
65		
70		
75		
80		
85		
90		
5 мл остатка		
95		
FBP		

Процент отгона		
Процент остатка		
Процент общего отгона		
Процент потерь		Скорректированные потери
Скорректированный процент отгона	Скорректированный общий отгон	

Комментарии:

- Температура окружающей среды в начале испытания
- Барометрическое давление окружающей среды в начале испытания
- Объем конденсата, отмечаемый в цилиндре-приемнике в любой момент перегонки одновременно с показанием термометра и выраженный в процентах от объема испытуемой части пробы
- Показания устройства измерения температуры, скорректированные на барометрическое давление 101,3 кПа
- Группы 1, 2 и 3: от 5 до 10 мин
  Группа 4: от 5 до 15 мин
- Группы 1 и 2: от 60 до 100 с
- Постоянная средняя скорость конденсации от 5 % отгона до остатка в колбе 5 мл продукта со значением от 4 до 5 мл/мин
- Объем конденсата, отмечаемый в цилиндре-приемнике, когда в колбе останется 5 мл продукта
- Объем конденсата, отмечаемый в цилиндре-приемнике при достижении температуры выкипания
- Максимальный процент отогнанного продукта
- Объем остатка в колбе, выраженный в процентах от объема испытуемой части пробы
- Сумма процента отгона и процента остатка в колбе
- Время с момента остатка в колбе 5 мл продукта до температуры выкипания, не превышающее 5 мин
- 100 минус процент общего отгона
- Процент отгона, скорректированный на барометрическое давление
- Процент потерь, скорректированный на барометрическое давление
- Сумма процента отгона и процента остатка, скорректированная на барометрическое давление

Рисунок Х5.1 – Форма протокола испытания «Процент отогнанного продукта»

Форма протокола испытания «Процент выпаривания»

Лаборатория:

Дата:
Время:
Оператор:

Температура окружающей среды, °С	
Атмосферное давление, кПа	
Температура холодильника, °С	
Температура бани вокруг цилиндра-приемника, °С	

Процент отогнанного продукта	Скорректированное значение температуры, °С	Время или мл/мин	Процент выпаривания	Значение температуры при заданном 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 мл остатка				
95			95	
FBP			FBP	

Процент отгона			
Процент остатка			
Процент общего отгона			
Процент потерь		Скорректированные потери	
Скорректированный процент отгона		Скорректированный общий отгон	

Комментарии:

- Температура окружающей среды в начале испытания
- Давление окружающей среды в начале испытания
- Объем конденсата, отмечаемый в цилиндре-приемнике в любой момент перегонки одновременно с показанием термометра и выраженный в процентах от объема испытуемой части пробы
- Показания устройства измерения температуры, скорректированные на барометрическое давление 101,3 кПа
- Сумма процента отогнанного продукта и процента потерь
- Показания устройства измерения температуры при заданном проценте выпаривания, рассчитанные с использованием арифметического или графического метода
- Группы 1, 2 и 3: от 5 до 10 мин; Группа 4: от 5 до 15 мин
- Группы 1 и 2: от 60 до 100 с
- Постоянная средняя скорость конденсации от 5 % отгона до остатка в колбе 5 мл продукта со значением от 4 до 5 мл/мин
- Объем конденсата, отмечаемый в цилиндре-приемнике, когда в колбе останется 5 мл продукта
- Объем конденсата, отмечаемый в цилиндре-приемнике при достижении температуры выкипания
- Максимальный процент отогнанного продукта
- Объем остатка в колбе, выраженный в процентах от объема испытуемой части пробы
- Сумма процента отгона и процента остатка в колбе
- Время с момента остатка в колбе 5 мл продукта до температуры выкипания, не превышающее 5 мин
- 100 минус процент общего отгона
- Процент отгона, скорректированный на барометрическое давление
- Процент потерь, скорректированный на барометрическое давление
- Сумма процента отгона и процента остатка, скорректированная на барометрическое давление

Рисунок Х5.2 – Форма протокола испытания «Процент выпаривания»

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ASTM D97-12 Стандартный метод определения температуры текучести нефтепродуктов	IDT	СТБ 1557-2015 Нефтепродукты. Метод определения температуры текучести

Таблица Д.А.2 – Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам другого года издания

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование международного стандарта другого года издания	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ASTM D323-15 Стандартный метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (метод Рейда)	ASTM D323:1999a Стандартный метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (метод Рейда)	IDT	СТБ 1425-2003 Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров по методу Рейда (ASTM D323-99a, IDT)
ASTM D4057-12 Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную	ASTM D4057-06 (2011) Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную	IDT	СТБ 2275-2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб (ASTM D4057-06 (2011), IDT)
ASTM D5950-14 Стандартный метод определения температуры текучести (метод автоматического наклона)	ASTM D5950-02 (2007) Стандартный метод определения потери текучести нефтепродуктов (метод автоматического наклона)	IDT	СТБ 1664-2006 * Нефтепродукты. Определение температуры текучести (метод автоматического наклона) (ASTM D5950-02 (2007), MOD)
* Внесенные технические отклонения обеспечивают выполнение требований настоящего стандарта.			

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 24.03.2016. Подписано в печать 31.03.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 5,58 Уч.-изд. л. 3,24 Тираж 2 экз. Заказ 739

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru