ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Определение фракционного состава тяжелых и остаточных нефтепродуктов

СТ РК АСТМ Д 1160-2010

ASTM D 1160-06 Standart test method for distillation of petroleum products at reduced pressure, IDT

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на стандарте ASTM D 1160-06 «Standart test method for distillation of petroleum products at reduced pressure», авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел

Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Товариществом с ограниченной ответственностью «Sonar Consulting and Trading Company Ltd»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 6 декабря 2010 г. № 545-од

3 Настоящий стандарт идентичен Американскому национальному стандарту ASTM D 1160-06 Standart test method for distillation of petroleum products at reduced pressure, IDT (Нефтепродукты. Стандартный метод перегонки при пониженном давлении).

Американский национальный стандарт разработан Комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, а непосредственную ответственность за него несет подкомитет D02.08 по летучести.

Официальный экземпляр Американского национального стандарта ASTM D 1160–06, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на которые даны ссылки, имеется в Комитете технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан.

Настоящий стандарт подготовлен на основе официального перевода на русский язык, выполненного Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ФГУ «КВФ «Интерстандарт») по лицензии Американского общества по материалам и их испытаниям (ASTM).

Перевод с английского языка (en).

В настоящий стандарт внесены редакционные изменения в связи с особенностями построения государственной системы технического регулирования, которые выделены по тексту курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования Американского национального стандарта.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные международные стандарты, международные документы актуализированы.

Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов ссылочным международным стандартам, приведены в дополнительном Приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-II

5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2017 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом указателе «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты Республики Казахстан». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты Республики Казахстан»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	2
4	Сущность метода	2
5	Значение и применение	3
6	Аппаратура	3
7	Реактивы и материалы	14
8	Отбор проб	14
9	Подготовка, градуировка и количественные показатели аппаратуры	14
10	Метод	15
11	Расчеты и протокол	16
12	Точность и систематическая погрешность	17
Приложение А *(обязательное)* Методика градуировки термочувствительных датчиков		21
Приложение Б *(обязательное)* Методика определения времени отклика на температуру		23
Приложение В *(обязательное)* Методика градуировки вакуумных манометров		24
Приложение Г *(обязательное)* Система регулирования давления		26
Приложение Д *(обязательное)* Проверка установки топливом-реактивом		27
Приложение Е *(обязательное)* Обезвоживание пробы и подавление вспенивания		29
Приложение Ж *(обязательное)* Методика преобразования наблюдаемых температур пара		31
Приложение И *(обязательное)* Пример расчетов точности		34
Приложение К *(обязательное)* Перегонка нефтепродуктов при пониженном давлении (автоматическая)		35
Приложение Л *(информационное)* Процедура присоединения средства для измерения температуры пара		377
Приложение Д.А (*информационное) Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов ссылочным международным стандартам (международным документам)*		38

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Определение фракционного состава тяжелых и остаточных нефтепродуктов

Standard test method for distillation of petroleum products at reduced pressure

Дата введения 2012-01-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения фракционного состава тяжелых и остаточных нефтепродуктов при пониженном давлении, а также метод определения диапазона температур кипения нефтепродуктов, которые могут частично или полностью испаряться при максимальной температуре жидкости 400 °С. В настоящем стандарте описан ручной и автоматический методы.

1.2 В случае разногласий контрольным методом является ручной метод при взаимном соглашении относительно давления.

1.3 Значения, выраженные в системе СИ, считаются стандартными. Значения, приведенные в скобках, указаны для информации.

1.4 Настоящий стандарт не претендует на полноту описания всех мер безопасности, если таковые имеются, связанных с его использованием. Вся ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и мер по охране здоровья, а также определение пределов применимости до начала использования настоящего стандарта, лежит на пользователе стандарта. Специальные меры предосторожности согласно 6.1.4, 6.1.8.1 и В.2.1.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ASTM D 613-10* Test method of the cetane number of diesel fuel oil (Метод определения цетанового числа дизельного топлива).

ASTM D 1193-06* Specification for reagent water (Вода реактивной чистоты. Технические условия).

ASTM D 1250-08* Guide for use of the petroleum measurement tables (Стандартное руководство по использованию таблиц измерения нефти).

ASTM D 1298-99 (2005)* Test method for density, relative density (specific gravity), or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method

---

* *Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.*

Издание официальное

(Стандартный метод определения плотности, относительной плотности (удельного веса) или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром).

ASTM D 4052-09* Test method for density and relative density of liquids by digital density meter (Метод определения плотности и относительной плотности жидкостей электронным плотномером).

ASTM D 4057-06* Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов).

ASTM D 4177-95 (2010)* Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Методика автоматического отбора образцов нефти и нефтепродуктов).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Эквивалентная температура при атмосферном давлении (atmospheric equivalent temperature), AET: Температура, преобразованная из измеренной температуры пара с помощью *Формулы* (Ж.1). AET является ожидаемой температурой дистиллята, *при условии* выполнения перегонки при атмосферном давлении и *отсутствии* термического разложения.

3.2 Конечная температура (end point), EP, или **конечная точка кипения** (final boiling point), FBP: *Максимальная температура, отмеченная на термометре, в период завершающей стадии перегонки в стандартных условиях, т.е. после выпаривания всей жидкости со дна колбы.*

3.3 Начальная точка кипения (initial boiling point), IBP: Температура пара, которая измеряется в момент падения первой капли конденсата с нижнего кончика слива холодильника.

ПРИМЕЧАНИЕ Если к кончику слива присоединена цепочка, то первая капля будет образовываться и стекать по этой цепочке. В автоматических установках устройство для регистрации первой капли должно располагаться *максимально* близко к нижнему кончику слива.

3.4 Точка перелива (spillover point): Наивысшая точка нижнего внутреннего сочленения перегонной колонны и участка конденсации колонны в вакуумной рубашке в сборе.

4 Сущность метода

Пробу перегоняют под действием точно контролируемого давления в диапазоне от 0,13 кПа до 6,7 кПа (*от* 1 мм рт. ст. *до* 50 мм рт. ст.) в условиях, обеспечивающих фракционирование на одной теоретической тарелке. Получают данные, из которых с помощью начальной точки кипения и конечной точки кипения можно построить кривую дистилляции, связывающую процент отгона по объему и температуру, эквивалентную точке кипения при атмосферном давлении.

---

* *Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.*

5 Значение и применение

5.1 Настоящий метод используют для определения дистилляционных характеристик нефтепродуктов и фракций, которые могут разлагаться при осуществлении перегонки при атмосферном давлении. Данный диапазон кипения, полученный в условиях обеспечивающих разделение примерно на одной теоретической тарелке, *допускается* использовать в технических расчетах для проектирования перегонного оборудования, разработки подходящих смесей для промышленных нужд и определения соответствия *нормативным документам*, а также определения возможности применения конкретного продукта в процессе переработки или для других целей.

5.2 Интервал кипения непосредственно связан с вязкостью, упругостью паров, теплотворной способностью, средним молекулярным весом и многими другими химическими, физическими и механическими свойствами. Любое из *перечисленных* свойств может оказаться решающим фактором в пригодности продукта для предполагаемого назначения.

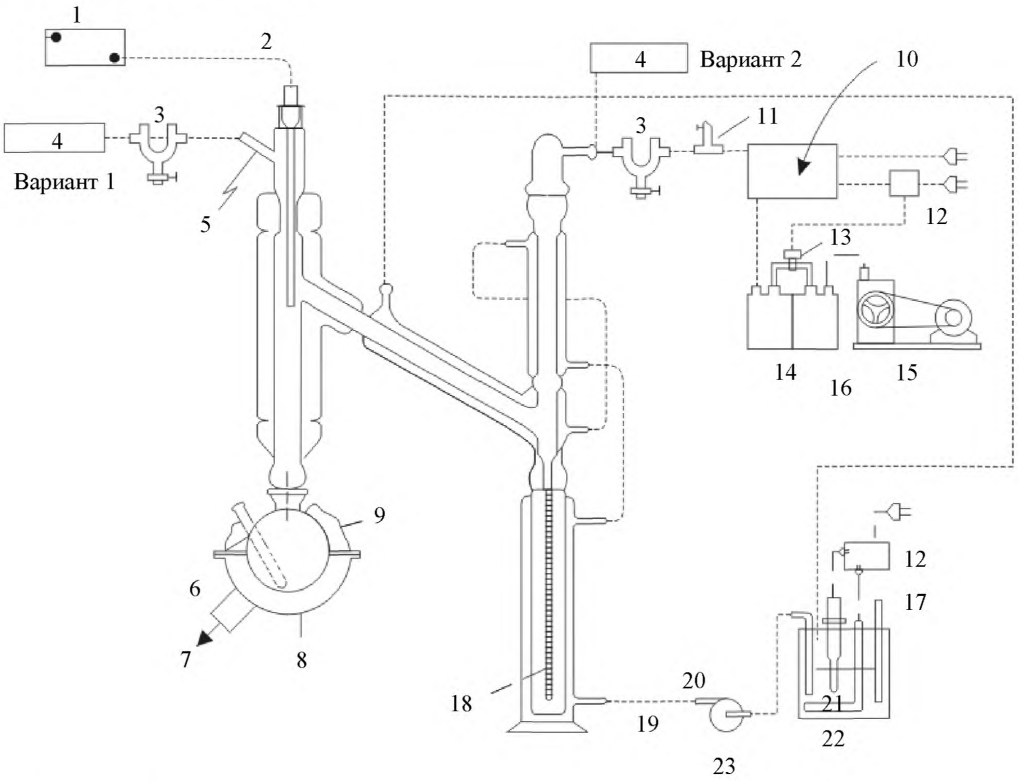
5.3 Технические требования к нефтепродуктам часто включают пределы перегонки на основе данных настоящего метода испытаний.

5.4 На основе данных метода разработано множество инженерно-технических *корреляций (взаимосвязей)*. Корреляционные методы широко используются в инженерной практике.

6 Аппаратура

6.1 Вакуумная установка для перегонки, показанная схематически на Рисунке 1, состоит частично из компонентов, описанных ниже, и компонентов, показанных на Рисунке 1, для которых либо конструкция, либо рабочие характеристики не установлены. Некоторые из *указанных* частей не существенны для получения удовлетворительных результатов испытаний, но являются желательными компонентами сборки в целях обеспечения эффективного использования установки и облегчения ее работы. Как ручная, так и автоматическая версия установки должны соответствовать требованиям, приведенным ниже. Дополнительные требования к автоматическому оборудованию *приведены* в Приложении К.

6.1.1 Перегонная колба, вместимостью 500 $см^3$, изготовленная из боросиликатного стекла или кварца, соответствующая размерам, приведенным на Рисунке 2 и Рисунке 3, и имеющая нагреваемую оболочку с изолированным верхом. Размеры могут варьироваться изготовителем и не рассматриваются как критические размеры, за исключением позиции конца датчика для измерения температуры и внутреннего диаметра соединения с перегонной колонной, который должен быть не менее диаметра самой перегонной колонны. Применение термокарманов *допускается* заменить на помещенный в оболочку температурный датчик и наличием второй боковой горловины на имеющихся в продаже колбах, используемых в данном методе.



Обозначения

1 Цифровой индикатор температуры
2 Датчик PRT (далее – платиновый термометр сопротивления)
3 Охлаждаемая ловушка
4 Вакуумметр
5 Температурный датчик (вакуумный переходник)
6 Термокарман
7 К вариаку
8 Нагреваемая оболочка
9 Изолирующая оболочка
10 Система регулирования давления
11 Соединения для восстановления давления
12 Реле
13 Электромагнитный клапан
14 Уравнительные резервуары
15 Вакуумный насос
16 Источник вакуума
17 Термометр
18 Антикапельная (сливная) цепочка
19 Поток охладителя
20 Циркуляционный насос
21 Терморегулятор
22 Погружной нагреватель
23 Система циркуляции охлаждающей среды

ПРИМЕЧАНИЕ При необходимости охлаждаемую ловушку *допускается* вставить перед датчиком давления, вариант № 2, или при необходимости защиты от пара для конструкции датчика, такого как ртутный манометр МакЛеода.

Рисунок 1 – Установка для вакуумной перегонки в сборе

Размеры в миллиметрах



Термокарман может быть присоединен либо пайкой в колбу либо с помощью пришлифованного соединения Т 19/38

Для перегонок, при которых температура не может превышать 400 °С, термокарман не обязателен

Рисунок 2 – Перегонная колба и нагреваемая оболочка

Размеры в миллиметрах

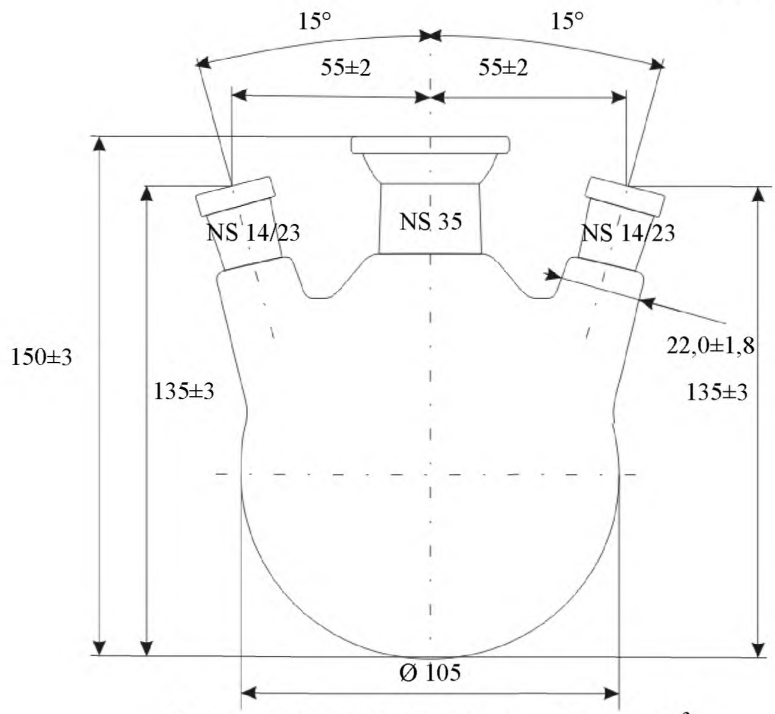


Рисунок 3 – Перегонная колба 500 *см*^{3}

ПРИМЕЧАНИЕ Здесь и далее по тексту НД – наружный диаметр, ВД – внутренний диаметр.

6.1.2 Колонна в вакуумной рубашке в сборе, из боросиликатного стекла, состоящая из перегонной насадки и связанным с ней отделом холодильника, как показано на чертежах с подписями, на Рисунке 4 и в Таблице 1. Насадка должна быть заключена в полностью посеребренную стеклянную вакуумную рубашку с постоянным вакуумом не менее 10^{-5} Па (10^{-7} мм рт. ст.) (см. Примечание). Присоединенный холодильник должен быть заключен в водяную рубашку и иметь переходник в верхней части для соединения с источником вакуума. Легкая цепочка для слива должна свисать с кончика холодильника до точки на 5 мм ниже отметки приемника 10 $см^3$, как показано на Рисунке 5. Вместо металлической цепочки для слива *разрешается* использовать металлический желобок для направления дистиллята к стенке приемника. Желобок допускается присоединить либо к кончику слива, как показано на Рисунке 5, либо он может располагаться в горлышке приемника.

ПРИМЕЧАНИЕ Не существует простого метода определения вакуума в рубашке, поскольку она полностью герметизирована. *Допускается* использование трансформатора Тесла, но искра может вызвать образование микроотверстия в слабом месте рубашки. Даже мельчайшее отверстие или трещина, трудноопределимая на взгляд, нарушит вакуум в рубашке.

6.1.3 Устройство для измерения температуры пара и связанные с ним приборы согласования и обработки сигнала (см. Приложение А) для измерения температуры паров. Система должна давать показания с точностью ± 0,5 °С в диапазоне от 0 °С до 400 °С и иметь время отклика менее 200 с в соответствии с Приложением Б. Местоположение датчика измерения температуры пара исключительно критичное. Как показано на Рисунке 6, устройство для измерения температуры пара должно быть центрировано в верхней части перегонной колонны, чувствительный кончик должен располагаться на 3 мм ± 1 мм ниже точки перелива (см. 3.4). Устройство для измерения температуры пара представляет собой различные конструкции в зависимости от того, является оно платиновым термометром сопротивления в стекле или в металле или термопарой в стекле или в металле. На Рисунке 7 и Рисунке 8 показано правильное позиционирование двух типов датчиков по отношению к точке перелива. В стеклянных платиновых термометрах сопротивления верхняя часть намотки спирали является верхом чувствительного кончика, в термопарах – верх спая термопары, в устройствах с металлической оболочкой – точка на 1 мм ± 1 мм выше нижней части устройства. Процедура присоединения описана в Приложении Л. Устройство для измерения температуры пара должно быть установлено через уплотнение типа компрессионного кольца, установленного на верхней части стеклянного температурного датчика (вакуумного переходника) или вплавленного в притертое конусное соединение, сопряженное с перегонной колонной. В некоторых конструкциях перегонных установок вакуумный переходник на вершине перегонной колонны *допускается* не ставить. В таких случаях позиция устройства для измерения температуры пара должна быть отрегулирована соответствующим образом. Устройство для измерения температуры кипящей жидкости может представлять собой либо термопару, либо PRT (платиновый термометр сопротивления) и должно также быть *градуировано*, как указано выше.

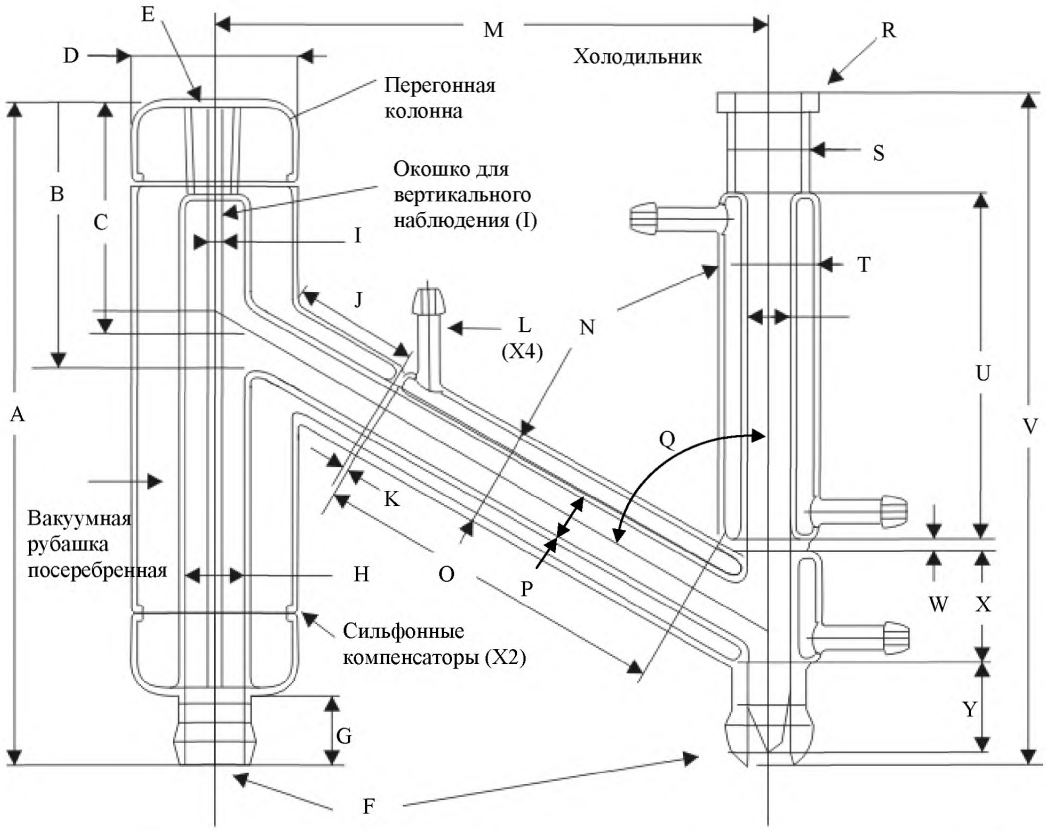
6.1.4 Приемник из боросиликатного стекла, соответствующий размерам, показанным на Рисунке 9. Если приемник является частью автоматической установки и установлен в камере термостата, рубашка не требуется.

ПРИМЕЧАНИЕ Стеклянные части установки *эксплуатируются в жестких термических условиях*, для снижения риска поломки во время испытания, рекомендуется использовать оборудование, демонстрирующее отсутствие напряжений в поляризованном свете.

6.1.5 Вакуумный манометр, обеспечивающий измерение абсолютных давлений с точностью 0,01 кПа в диапазоне ниже 1 кПа по абсолютной величине и с точностью 1 % выше 1 кПа. Манометр МакЛеода может достигать указанной точности, при использовании надлежащим образом, а ртутный манометр позволит достичь точности

ниже давления около 1 кПа и в том случае, когда считывается с хорошим катетометром (прибор, основанный на визирной лупе, установленной на шкале с нониусом, для определения уровней с большой точностью). Допускается использовать электронный манометр, как Баратрон (Baratron), если он *градуирован* по манометру МакЛеода, но его необходимо периодически проверять в соответствии с Приложением В. Приемлемая установка *градуировки* давления показана на Рисунке В.1. Вакуумметры на основе проволоки высокого сопротивления, датчиков излучения или проводимости применять не рекомендуется.

ПРИМЕЧАНИЕ Подходящими средствами для измерения давления в системе в процессе испытания являются тензиметр или электронный манометр, такой как неопрокидывающийся манометр МакЛеода.



ПРИМЕЧАНИЕ Требуется гладкое соединение между кончиком слива и колонной, чтобы избежать задержки жидкости.

Рисунок 4 – Колонна в вакуумной рубашке

6.1.5.1 Вакуумный манометр соединяют с боковой трубкой температурного датчика (вакуумного переходника) перегонной колонны (предпочтительное положение) или с боковой трубкой датчика (вакуумного переходника) холодильника при сборке установки. Соединения должны быть короткими по длине и иметь внутренний диаметр не менее 8 мм.

Таблица 1 – Размеры колонны в вакуумной рубашке в сборе

Размеры в миллиметрах

Компонент	Критический или нет	Размеры	Примечание
A	нет	265,0 ± 10,0	—
B	да	99,0 ± 4,0	Точка перелива
C	да	85,0 ± 3,0	Внутреннее измерение затруднено, использовано изготовителем установки. Размер, где центр угловой внутренней трубки пересекается с внутренней стенкой вертикальной колонны
D (OD)	нет	64,5 ± 2,0	—
E	нет	14/23 или 19/38	Конусное притертое соединение – гнездовое[a)]
F	нет	35/25	Шарнирное притертое соединение – вкладыш[a)]
G	нет	35,0 ± 10,0	Зона охватывается изолированным верхом нагреваемой оболочки
H (ID)	да	24,7 ± 1,2	Применение трубок НД 28 мм позволяет добиться *данного* размера
I	нет	2,0 – 12,0	Окошко дает обзор скорости выкипания и возможность следить за чистотой колонны, а также за ненужными потерями тепла
J	нет	60,0 ± 20,0	—
K	нет	12,0 ± 7,0	—
L (OD)	нет	8,0	Минимальный, соединения для охлаждающей среды
M	да	230,0 ± 13,0	*Данный* размер определяет время стекания конденсированного пара и влияет на результаты температуры (возврата)
N (OD)	нет	38,0 ± 2,0	—
O	да	140,0 ± 20,0	*Данный* размер определяет время стекания конденсированного пара и влияет на результаты температуры (возврата)
P (ID)	да	18,7 ± 1,1	Применение трубок НД 22 мм позволяет добиться *данного* размера
Q	да	60 ± 2°	—
R	нет	не применяется	Соединение с вакуумной системой; допускаются любые подходящие средства
S	нет	не применяется	Выступает за участок конденсации; должен поддерживаться минимальным или больше внутреннего диаметра участка конденсации
T (ID)	да	18,7 ± 1,1	Применение трубок НД 22 мм позволяет добиться *данного* размера

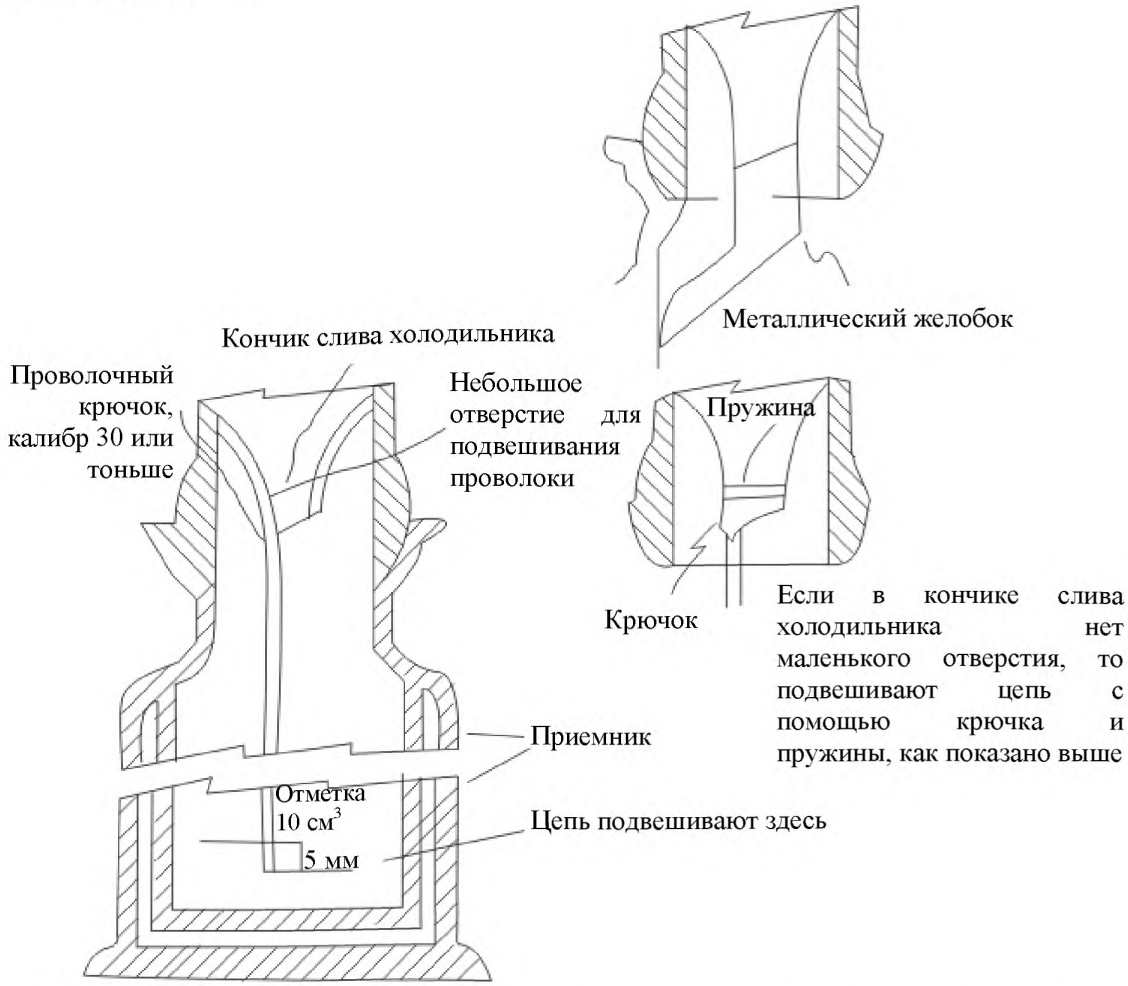
Таблица 1 – Размеры колонны в вакуумной рубашке в сборе *(продолжение)*

Компонент	Критический или нет	Размеры	Примечание
U	да	140,0 ± 5,0	Данный размер влияет на эффективность конденсации пара, что в свою очередь влияет на результаты температуры (возврата)
V	нет	не применяется	Выступы в верхней и нижней частях участка конденсации изменяются изготовителем и не влияют на испытание
W	нет	12,0 ± 7,0	—
X	да	50,0 ± 8,0	—
Y	да	30,0 ± 7,0	Расстояние до конца кончика слива

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Размеры являются руководством для поверки пригодности конструкции сборки. Фактические размеры, используемые стеклодувами, колеблются в некоторой степени, и размеры, используемые для конструкции установки, труднодостижимы после того, как части сборки сплавлены вместе. Необходимо придерживаться размеров, отмеченных как критические, в пределах перечисленных допусков. Размеры, перечисленные в данной таблице, получены от пользователей различных ручных и автоматических установок, принявших участие в межлабораторной программе по определению точности метода испытаний.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Планируется проводить дальнейшие исследования для получения набора размеров, которые будут более ограничительными в диапазоне измерений, поскольку считается, что имеющийся на настоящий момент широкий разброс в размерах приводит к тому, что точность метода испытаний очень завышена.

[a)] Стеклянные притертые соединения от различных источников могут иметь одно из ряда отношений диаметра к длине. Для целей данного метода испытаний подходят любые отношения, но в некоторых примерах сам диаметр не является критическим. Однако критическим является то, каким является соединение – гнездовым или вкладышем – из одной и той же серии, чтобы избежать понижения или выступа.



ПРИМЕЧАНИЕ Подвешенная цепь должна иметь размер, позволяющий смещение ею потока жидкости ниже отметки 200 $см^3$ не превышать 0,1 $см^3$.

Рисунок 5 – Схема цепочки слива или соединения желобка с холодильником

6.1.6 Система регулирования давления, обеспечивающая поддержание постоянного значения давления в системе в пределах 0,01 кПа при давлениях 1 кПа по абсолютной величине и ниже и в пределах 1 % от абсолютного давления при давлении 1 кПа и выше. Приемлемое оборудование для указанных целей описано в Приложении Г. Систему регулирования давления соединяют с трубкой в верхней части холодильника при сборке установки. Соединения должны быть короткими по длине и иметь внутренний диаметр не менее 8 мм.

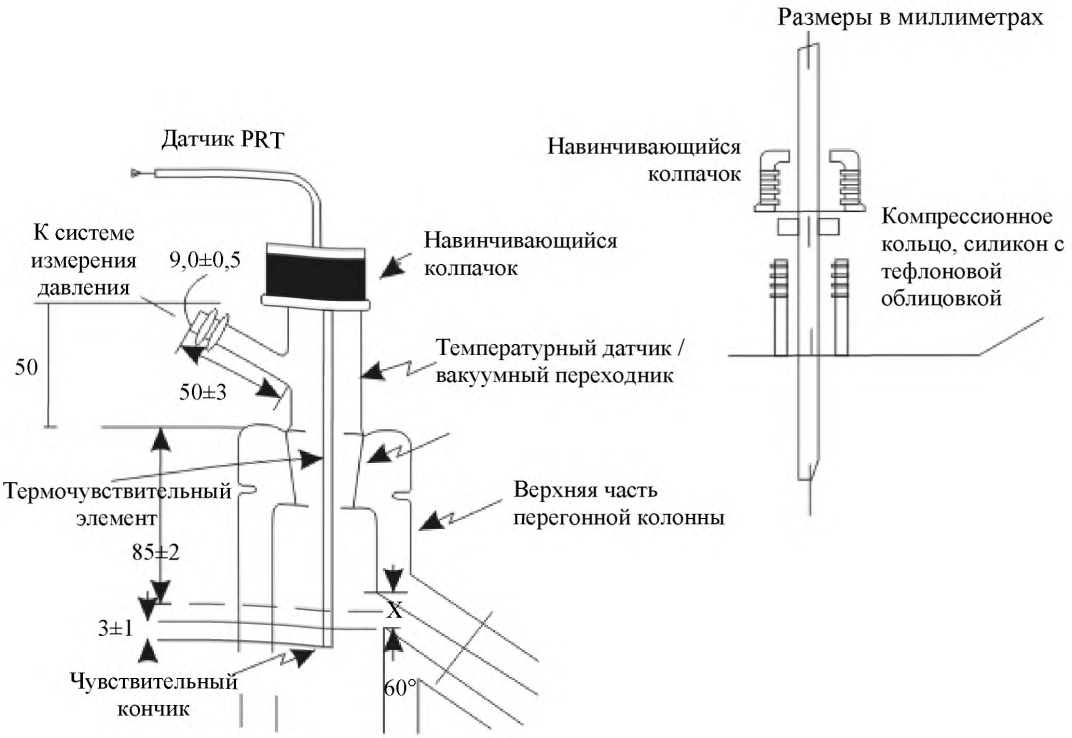


Рисунок 6 – Размещение температурного датчика

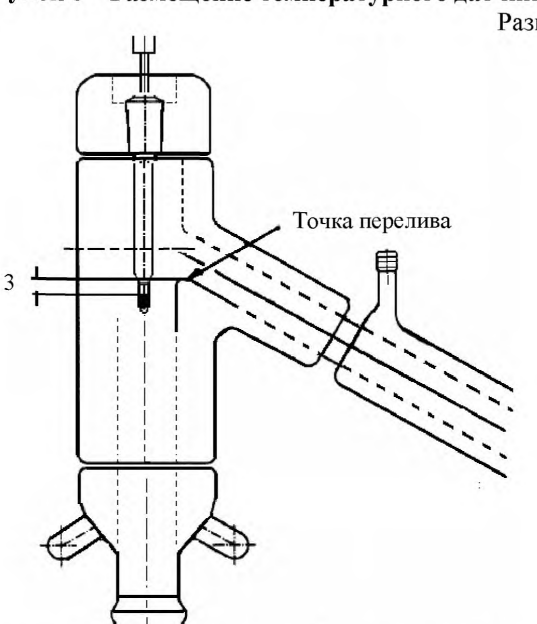


Рисунок 7 – Платиновый термометр сопротивления

6.1.7 Источник вакуума, состоящий из одного или более вакуумных насосов и нескольких уравнивающих резервуаров, обеспечивающих поддержание постоянного давления в пределах 1 % по всему диапазону рабочих давлений. Вакуумный переходник используют для соединения источника с верхней частью холодильника (см. Рисунок 1) с помощью максимально короткой трубки с внутренним диаметром 8 мм или более. Одноступенчатый насос мощностью не менее 850 дм^3/мин (30 кубических футов/мин) при 100 кПа допускается использовать в качестве источника вакуума. При осуществлении перегонки при давлениях ниже 0,5 кПа, рекомендуется применение двухступенчатого насоса аналогичной или лучшей мощности. Уравнительные резервуары емкостью не менее 5 дм^3 рекомендуются для снижения колебаний давления.

6.1.8 Охлаждаемые ловушки

6.1.8.1 Охлаждаемая ловушка, установленная между верхней частью холодильника и источником вакуума для улавливания легкокипящих компонентов из дистиллята, которые не конденсируются в отделе холодильника. Ловушка должна охлаждаться с помощью охлаждающей среды, обеспечивающей поддержание температуры ловушки ниже минус 40 °С. Для *охлаждения* используют жидкий азот.

ПРИМЕЧАНИЕ Если в системе имеется большая утечка воздуха и применяют жидкий азот в качестве охладителя, в ловушке может также конденсироваться воздух (кислород). Если в ловушке также присутствуют углеводороды, то при нагревании ловушки на этапе 10.12 может произойти возгорание или взрыв.

6.1.8.2 Охлаждаемая ловушка, установленная между температурным датчиком (вакуумным переходником) и вакуумметром для защиты вакуумметра от загрязнения низкокипящими фракциями дистиллята.

6.1.9 Источник воздуха при низком давлении или диоксида кислорода для охлаждения колбы и нагреватель в конце перегонки.

Размеры в миллиметрах

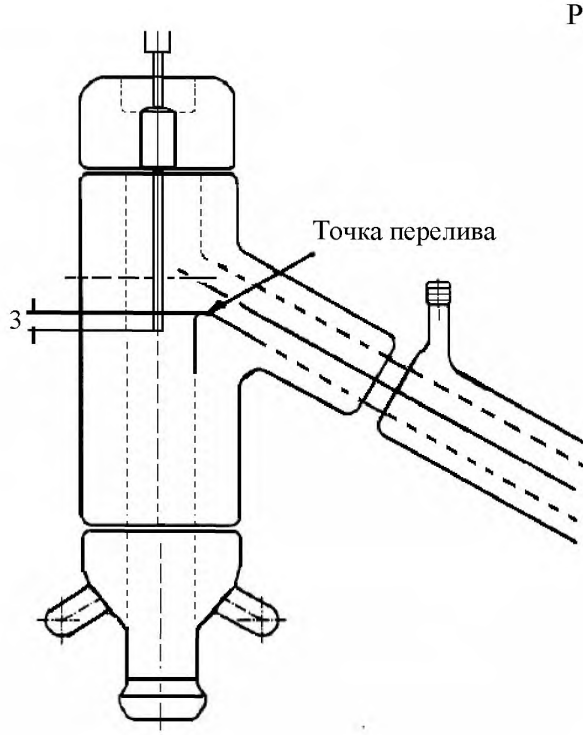
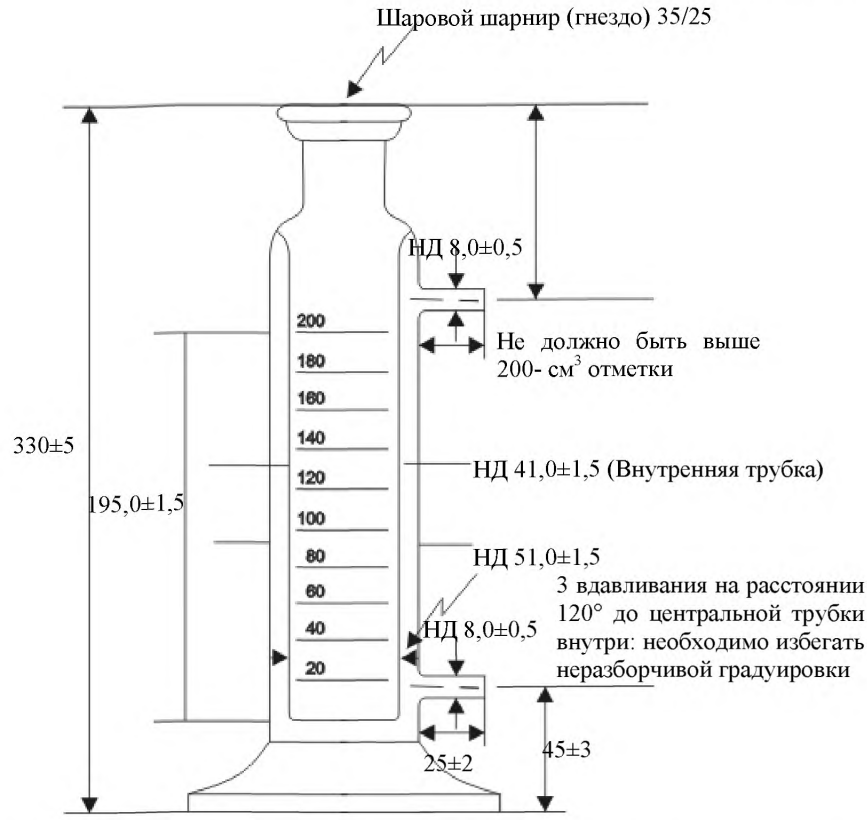


Рисунок 8 – Термопара

Размеры в миллиметрах



ПРИМЕЧАНИЕ Рубашки не требуется для автоматических блоков, если приемник помещен в камеру термостата. При использовании рубашки соединения не должны мешать считыванию показаний.

Рисунок 9 – Приемник

6.1.10 Источник азота низкого давления для сброса вакуума в системе.

6.1.11 Защитный экран и защитное ограждение, которые должным образом заслоняют оператора от перегонной установки в случае аварии. Рекомендуется применять упрочненное стекло, прозрачный плексиглас толщиной 6 мм или прозрачный материал эквивалентной прочности.

6.1.12 Система циркуляции охладителя, обеспечивающая подачу охладителя к системе приемника и холодильника при температуре, регулируемой в пределах ± 3 °С в диапазоне от 30 °С до 80 °С. Для автоматических блоков, в которых приемник установлен в камеру термостата, система циркуляции охладителя должна обеспечивать подачу охладителя в систему холодильника.

Применяемые средства измерений, должны пройти испытания с целью утверждения типа или метрологическую аттестацию и быть поверены согласно соответствующим нормативным документам.

7 Реактивы и материалы

7.1 н-Тетрадекан аналитической чистоты.

7.2 Эталонное цетановое топливо (н-гексадекан) в соответствии с ASTM D 613.

7.3 Силиконовая смазка для высокого вакуума, специально изготовленная для применения при высоком вакууме.

7.4 Силиконовое масло, сертифицированное изготовителем для продолжительного применения при температурах выше 350 °С.

7.5 Толуол технической чистоты.

7.6 Циклогексан технической чистоты.

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб необходимо выполнять в соответствии с ASTM D 4057 или ASTM D 4177. Лаборатория получает пробы объемом 4 дм^3 и 8 дм^3, представительные для партии товара или партии с завода, и такую пробу используют для серии испытаний и анализов. Для данного метода *необходима* аликвота чуть *более* 200 *см*^{3}.

8.2 Аликвота, используемая в данном испытании, не должна содержать влаги. Если имеются признаки влаги (капли на стенке сосуда, жидкий слой на дне контейнера), используют процедуру, приведенную в Приложении Е, Раздел Е.1, чтобы обезводить достаточное количество пробы и обеспечить загрузку 200 см^3 в перегонной колбе.

8.3 Определяют плотность пробы нефтепродукта при температуре приемника с помощью ареометра по ASTM D 1298, с помощью цифрового плотномера по ASTM D 4052 и применяя математические выкладки или таблицы в соответствии с ASTM D 1250 или комбинацию всех перечисленных методов.

8.4 Если пробу не предполагается испытывать сразу же при получении, ее хранят при окружающей или более низкой температуре. Если проба получена в пластиковом контейнере, ее необходимо перенести в контейнер, изготовленный из стекла или металла, прежде чем хранить.

8.5 Проба должна быть полностью жидкой для загрузки. При наличии видимых кристаллов, пробу необходимо нагреть до температуры, позволяющей растворить кристаллы. Пробу затем необходимо энергично перемешать в течение периода времени от 5 мин до 15 мин, в зависимости от размера пробы, вязкости и других факторов для обеспечения ее однородности. Если кристаллы все еще видимы при температуре 70 °С, то частицы являются неорганическими по происхождению, и не являются частью перегоняемой порции пробы. Основную часть твердых примесей удаляют фильтрованием или декантированием пробы.

8.5.1 Существуют вещества, такие как остаточные продукты легкого крекинга и парафины с высокими температурами плавления, которые не полностью переходят в жидкое состояние при 70 °С. Твердые и полутвердые вещества не требуется удалять, поскольку они являются частью углеводородного сырья.

9 Подготовка, *градуировка* и количественные показатели аппаратуры

9.1 *Градуируют* температурные датчики и связанное с ними устройство согласования и обработки сигналов как одно целое в соответствии с Приложением А.

9.2 Проверяют работу системы регулирования давления в соответствии с Приложением Г.

9.3 Промывают и сушат стеклянные части и снова смазывают соединения. Разрешается использовать силиконовую смазку для высокого вакуума, но не более чем

необходимо для получения равномерной пленки на притертых стеклянных поверхностях. Избыток смазки может вызвать протечку и способствовать пенообразованию в начале опыта.

9.4 Собирают пустую установку и проводят испытание на герметичность в соответствии с В.3.2.

9.5 Проверяют всю установку в целом с помощью двух реактивов, описанных в 7.1 и 7.2 и в соответствии с Приложением Д.

10 Методика

10.1 Определяют дату последней *градуировки* температурного датчика. Повторно *градуируют* в соответствии с Приложением А, если прошло больше времени, чем указано в Приложении А.

10.2 Устанавливают температуру *хладагента* холодильника на 30 °С ниже *предполагаемой температуры начала кипения испытуемой пробы*.

ПРИМЕЧАНИЕ Приемлемая температура охлаждающей среды для перегонки большинства материалов равна 60 °С.

10.3 По плотности пробы определяют массу с точностью до 0,1 г, эквивалентную 200 $см^3$ пробы при температуре приемника. Берут навеску такого количества пробы в перегонную колбу.

10.4 Смазывают шаровые шарнирные соединения перегонного оборудования подходящей смазкой. Перед применением смазки необходимо убедиться, что поверхности соединения чистые, и использовать минимальное требуемое количество смазки. Соединяют колбу с нижним шаровым шарниром перегонной насадки, помещают нагреватель под колбу, устанавливают на место верхнюю оболочку и соединяют остальные части установки, используя пружинные зажимы для крепления соединений.

ПРИМЕЧАНИЕ Используют силиконовую смазку для высокого вакуума. Избыток смазки, нанесенной на соединение колбы, может вызвать вспенивание пробы в процессе перегонки.

10.5 Помещают несколько капель силиконового масла на дно термокармана колбы и вставляют термочувствительный элемент на дно кармана. Датчик разрешается закрепить шариком стекловаты в верхней части кармана.

10.6 Включают вакуумный насос и наблюдают *за процессом вспенивания пробы*. Если проба пенится, дают давлению на установке слегка увеличиться, пока пена не опадет. Применяют легкое нагревание, чтобы способствовать удалению растворенного газа. В отношении общих направлений по подавлению избыточного вспенивания пробы по Е.2.

10.7 Создают в установке вакуум, пока давление не достигнет уровня, предписанного для перегонки. Невозможность достижения заданного давления перегонки или присутствие устойчивого увеличения давления в установке при блокированном насосе свидетельствует о *не герметичности системы*. Доводят систему до атмосферных условий с помощью азотной смеси и снова смазывают все соединения. Если герметизация системы не достигнута, проверяют другие части системы на герметичность.

ПРИМЕЧАНИЕ *Стандартное* предписанное давление равно 1,3 кПа (10 мм рт.ст.). Для тяжелых продуктов с основной фракцией, кипящей при температуре свыше 500 °С, задается рабочее давление 0,13 кПа (1 мм рт.ст.) или 0,26 кПа (2 мм рт.ст.).

10.8 После достижения желаемого уровня давления, включают нагреватель и быстро нагревают колбу, не вызывая нежелательного вспенивания пробы. При появлении пара или обратно стекающей жидкости в горлышке колбы, регулируют скорость нагревания таким образом, чтобы дистиллят собирался с равномерной скоростью от 6 $см^3$/мин до 8 $см^3$/мин.

ПРИМЕЧАНИЕ Желаемую скорость тяжело достичь в самом начале перегонки, скорость будет достижима после получения первых 10 % отгона.

10.9 Записывают температуру пара, время и давление при каждом следующем объеме (в процентах) фракций загрузки, собранных в приемник: IBP; 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90 и 95 и конечную точку. Если температура жидкости достигает 400 °С или если пар достигает максимальной температуры до того, как наблюдается конечная точка, записывают показание температуры пара и общий объем возвращенного вещества в момент прекращения перегонки. Если продукт испытывают на соответствие заданным техническим условиям, записывают все требуемые наблюдения, которые перечислены выше и которые не вошли в перечень.

ПРИМЕЧАНИЕ Максимальная температура пара будет результатом либо полной перегонки пробы, либо начала крекинга.

10.10 Если наблюдается внезапное увеличение давления наряду с образованием белых паров и падением температуры пара, значит перегоняемый материал демонстрирует значительный крекинг. Немедленно прекращают перегонку и записывают в журнале. При необходимости, повторяют перегонку со свежей пробой при более низком рабочем давлении.

10.11 Опускают нагреватель колбы на расстояние от 5 см до 10 см и охлаждают колбу и нагреватель небольшой струей воздуха или струей диоксида углерода.

Восстанавливают давление содержимого в дистилляторе сухим азотом, если необходимо разобрать установку до того, как она охладится ниже 200 °С. Диоксид углерода также используют для восстановления давления, при условии, что не используются ловушки жидкого азота.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Небольшая струя диоксида углерода предпочтительна для охлаждения колбы во избежание пожара в случае разрушения колбы во время испытания или охлаждения.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Восстановление давления содержимого дистиллятора воздухом, при наличии в дистилляторе горячих нефтяных паров, может вызвать возгорание или взрыв.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 В дополнение к другим мерам предосторожности рекомендуется прервать перегонку при максимальной температуре пара 350 °С. Работа перегонной колбы при температурах выше 350 °С в течение продолжительного времени при давлениях ниже 1 кПа может также привести к термической деформации колбы. В случае *деформации* колбу после применения выбрасывают. Альтернативно используют кварцевую колбу.

10.12 Доводят температуру охлаждаемой ловушки перед источником вакуума обратно до окружающей температуры. Восстанавливают, измеряют и записывают объем легких продуктов, собранных в ловушке.

10.13 Удаляют приемник, опорожняют его и снова помещают его в прибор для проведения цикла очистки или используют отдельный пустой приемник. Снимают колбу и заменяют ее колбой, наполненной моющим растворителем. Проводят перегонку при атмосферном давлении, чтобы прочистить установку. В конце каждого очистительного прогона снимают колбу и приемник и продувают слабой струей воздуха или азота, чтобы просушить установку.

ПРИМЕЧАНИЕ В качестве очищающего растворителя применяют толуол или циклогексан.

11 Расчеты и протокол

11.1 Преобразуют зарегистрированные показания температуры в эквивалентные температуры при атмосферном давлении (АЕТ) с помощью *формул* Приложения Ж.

11.2 Сообщают АЕТ с точностью до градуса Цельсия, соответствующую объемным процентам жидкости, собираемой в приемнике. Сообщают также идентификацию пробы, плотность (измеренную в 8.3), общее количество возвращенного жидкого дистиллята в приемнике и в охлаждаемой ловушке перед источником вакуума, все необычные события, такие как вспенивание или бурление, а также меры по устранению подобных проблем.

12 Точность и систематическая погрешность

12.1 Точность

Точность метода испытаний, приведенного в настоящем стандарте, была определена с помощью результатов межлабораторного испытания 1983 г., полученных 9 лабораториями на 8 пробах. В программе одна лаборатория использовала автоматический вакуумный перегонный анализатор, и полученные на *анализаторе* результаты включены в данные, используемые для разработки заявления по точности. Точность метода следующая:

12.1.1 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в одних и тех же рабочих условиях на идентичном материале должно при нормальном и правильном применении испытательного метода превышать значения, указанные в Таблице 2, в одном случае из двадцати.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытательном материале, должно превышать значения, указанные в Таблице 2, в одном случае из двадцати.

Таблица 2 – Точность

Критерии давления	Повторяемость				Воспроизводимость			
	0,13 кПа (1 мм рт.ст.)		1,3 кПа (10 мм рт.ст.)		0,13 кПа (1 мм рт.ст.)		1,3 кПа (10 мм рт.ст.)	
IBP	17,0		15,0		56,0		49,0	
FBP	3,3		7,1		31,0		27,0	
Объем возвращенного вещества	5% – 50%	60% – 90%	5% – 50%	60% – 90%	5% – 50%	60% – 90%	5% – 50%	60% – 90%
C/V %								
0,5	2,4	2,5	1,9	2,0	6,5	3,9	7,0	5,4
1,0	2,9	3,0	2,4	2,5	10,0	6,0	9,3	7,2
1,5	3,2	3,3	2,8	2,9	13,0	7,8	11,0	8,5
2,0	3,4	3,5	3,1	3,2	16,0	9,4	12,0	9,6
2,5	3,6	3,7	3,3	3,5	18,0	11,0	14,0	11,0
3,0	3,8	3,9	3,6	3,7	21,0	12,0	15,0	11,0
3,5	3,9	4,0	3,8	3,9	23,0	13,0	16,0	12,0
4,0	4,0	4,2	3,9	4,1	25,0	15,0	16,0	13,0
4,5	4,1	4,3	4,1	4,3	27,0	16,0	17,0	13,0
5,0	4,2	4,4	4,3	4,4	29,0	17,0	18,0	14,0

Таблица 2 – Точность *(продолжение)*

Критерии давления	Повторяемость				Воспроизводимость			
	0,13 кПа (1 мм рт.ст.)		1,3 кПа (10 мм рт.ст.)		0,13 кПа (1 мм рт.ст.)		1,3 кПа (10 мм рт.ст.)	
IBP	17,0		15,0		56,0		49,0	
FBP	3,3		7,1		31,0		27,0	
Объем возвращенного вещества	5% – 50%	60% – 90%	5% – 50%	60% – 90%	5% – 50%	60% – 90%	5% – 50%	60% – 90%
5,5	4,3	4,5	4,4	4,6	30,0	18,0	19,0	15,0
6,0	4,4	4,6	4,5	4,7	32,0	19,0	19,0	15,0
6,5	4,5	4,7	4,7	4,8	34,0	20,0	20,0	16,0
7,0	4,6	4,8	4,8	5,0	35,0	23,0	21,0	16,0
7,5	4,7	4,8	4,9	5,1	37,0	22,0	21,0	16,0
8,0	4,8	4,9	5,0	5,2	38,0	23,0	22,0	17,0
8,5	4,8	5,0	5,1	5,3	40,0	24,0	22,0	17,0
9,0	4,9	5,1	5,2	5,4	41,0	25,0	23,0	18,0
9,5	5,0	5,1	5,3	5,5	43,0	25,0	23,0	18,0
10,0	5,0	5,2	5,4	5,6	44,0	26,0	24,0	19,0
10,5	5,1	5,2	5,5	5,7	46,0	27,0	24,0	19,0
11,0	5,1	5,3	5,6	5,8	47,0	28,0	25,0	19,0
11,5	5,2	5,4	5,7	5,9	48,0	29,0	25,0	20,0
12,0	5,2	5,4	5,8	6,0	50,0	30,0	26,0	20,0
12,5	5,3	5,5	5,9	6,1	51,0	30,0	26,0	20,0
13,0	5,3	5,5	6,0	6,2	52,0	31,0	27,0	21,0
13,5	5,4	5,6	6,0	5,3	54,0	32,0	27,0	21,0
14,0	5,4	5,6	6,1	6,3	55,0	33,0	27,0	21,0
14,5	5,5	5,7	6,2	6,4	56,0	33,0	28,0	22,0
15,0	5,5	5,7	6,3	6,5	57,0	34,0	28,0	22,0

ПРИМЕЧАНИЕ Данная таблица основана на температуре, эквивалентной атмосферному давлению, в градусах Цельсия.

12.1.3 В Таблице 2 скорость изменения в градусах Цельсия (AET) на процент объема возвращенной жидкости показана как C/V %. В любой точке от 10 % до 90 % отгона значение предполагается равным среднему значению C/V % от двух точек данных,

которые окружают рассматриваемую точку (одна меньше, другая больше). Ни в коем случае промежуток между двумя точками не должен превышать 20 % отгона. Исключением является точка 5 %, где промежуток между двумя окружающими точками не должен превышать 10 %. Пример приведен в Приложении И.

12.2. Данные по точности в Таблице 2 рассчитаны из *Формул* (1) и (2), которые используют для расчета данных точности значений С/V %, не перечисленных в таблице.

12.2.1 Повторяемость, *r*, рассчитывается с помощью Формулы (1):

$$r = M \times \frac{\left[e \times \exp\left\{a + b \times \ln(1{,}8 \times S\right\}\right]}{1{,}8}, \quad (1)$$

где *r* – повторяемость, °С (АЕТ);

e – основание натуральной логарифмической функции, примерно 2,718281828;

a, *b* и *M* – постоянные согласно 12.5.1;

S – скорость изменения температуры, (°С, АЕТ) на процент возврата по объему.

12.2.2 Воспроизводимость, *R*, рассчитывается с помощью Формулы (2):

$$R = M' \times \frac{\left[e \times \exp\left\{a' + b' \times \ln(1{,}8 \times S\right\}\right]}{1{,}8}, \quad (2)$$

где *R* – воспроизводимость, °С (АЕТ);

e – основание натуральной логарифмической функции, примерно 2,718281828;

a', *b'* и *M'* – постоянные согласно 12.5.2;

S – скорость изменения температуры, (°С, АЕТ) на процент возврата по объему.

12.2.3 Пример приведен в Приложении И.

12.3 Для расчета данных по точности для давлений от 0,13 кПа до 1,3 кПа (от 1 мм рт. ст. до 10 мм рт. ст.) используют постоянные, рассчитанные путем линейной интерполяции из данных, приведенных в *Таблице 3 и Таблице 4*.

12.4 Систематическая погрешность – поскольку не существует приемлемого эталонного материала для определения систематической погрешности методики данного метода, никаких заявлений не делается.

12.5 Постоянные для расчета (см. Таблицу 2).

12.5.1 Постоянные для расчета повторяемости приведены в Таблице 3.

Таблица 3 – Постоянные для расчета повторяемости (*r*)

Показатель	Объем возвращенного вещества			
	IBM	5-50%	60-95%	FBP
При 0,13 кПа (1 мм рт. ст.)				
a	2,372	0,439	0,439	0,718
b	0	0,241	0,241	0
M	2,9	2,9	3,0	2,9
При 1,3 кПа (10 мм рт. ст.)				
a	2,246	0,240	0,240	1,521
b	0	0,350	0,350	0
M	2,8	2,8	2,9	2,8

12.5.2 Постоянные для расчета воспроизводимости приведены в Таблице 4.

Таблица 4 – Постоянные для расчета воспроизводимости (*R*)

Показатель	Объем возвращенного вещества			
	IBM	5-50%	60-95%	FBP
При 0,13 кПа (1 мм рт. ст.)				
a'	3,512	1,338	0,815	2,931
b'	0	0,639	0,639	0
M'	3,0	3,3	3,3	3,0
При 1,3 кПа (10 мм рт. ст.)				
a'	3,424	1,415	1,190	2,815
b'	0	0,409	0,409	0
M'	2,9	3,2	3,1	2,9

Приложение А
(обязательное)

Методика *градуировки* термочувствительных датчиков

А.1 Принцип

Раздел описывает основную *градуировку* датчика температуры пара по отношению к первичной температуре эталонов. Также метод может быть использован для *градуировки* других температурных датчиков.

А.2 Датчики должны быть *градуированы* по всему диапазону температур в момент первого использования, и когда датчик или связанный с ним прибор подверглись ремонту или техобслуживанию. Датчики, применяемые для измерения температуры пара, необходимо проверять ежемесячно при одной или более температур.

А.3 *Градуируют* датчики со связанными с ними приборами путем регистрации температур замерзания воды и выбранных чистых металлов, перечисленных в А.6.

А.4 Аппаратура

Подходящая установка показана на Рисунке А.1. Для точки замерзания воды допускается использовать сосуд Дьюара, наполненный не менее чем наполовину колотым льдом в воде.

А.5 Методика

А.5.1 Для датчиков, установленных свободно в термокармане, на дно кармана помещают достаточное количество силиконового масла или другой инертной жидкости, чтобы обеспечить хороший физический контакт между датчиком и кончиком кармана. Те датчики, которые вплавлены в хороший контакт с кончиком кармана могут быть *градуированы* как есть.

А.5.2 Помещают примерно 0,3 $см^3$ силиконового масла на дно термокармана в бане для измерения температуры плавления, и погружают датчики, которые необходимо *градуировать*. Масло должно покрывать их кончики.

А.5.3 Нагревают баню до температуры в диапазоне от 5 °С до 10 °С выше точки плавления металла внутри и выдерживают при данной температуре в течение 5 мин, чтобы обеспечить расплавление всего металла внутри.

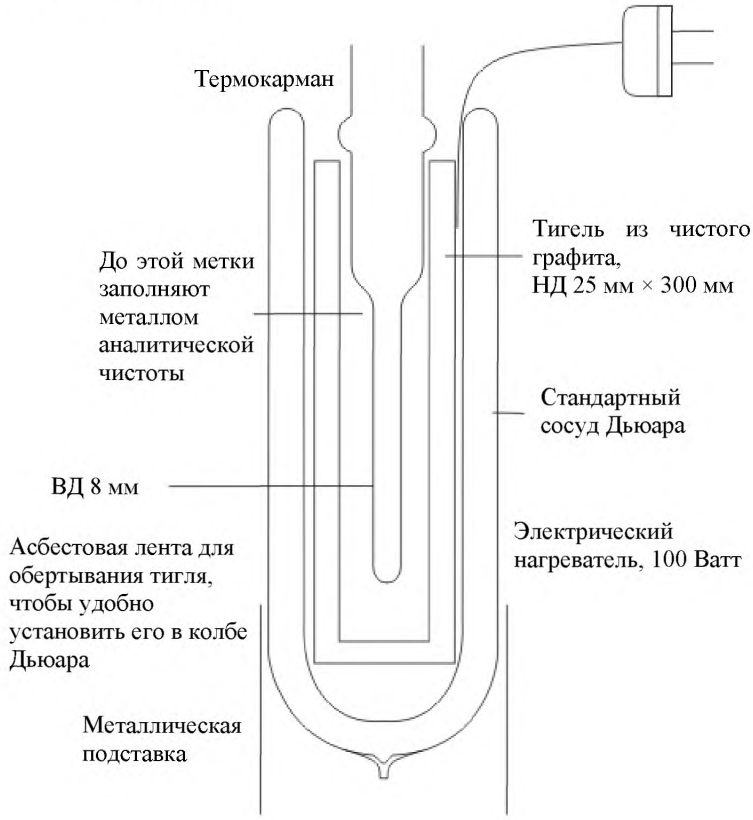


Рисунок А.1 – Баня для определения точки плавления эталонов температуры

А.5.4 Прекращают нагревание бани для определения температуры плавления и наблюдают и записывают кривую охлаждения. Рекомендуется применять записывающее устройство с самописцем и ленточным бумажным носителем. Если кривая охлаждения показывает плоский участок, соответствующий постоянной температуре, в течение не менее 1 мин, температура принимается как температура градуировки.

А.5.5 Применяют поправку, которую прибавляют к показанию, при необходимости получения скорректированной температуры. Для интерполяции рекомендуется построить график поправки температуры. В случае автоматических приборов поправка должна вноситься в запись и регулироваться автоматически.

А.5.6 Если прямой участок кривой замерзания очень короткий, его увеличивают, применив небольшой подогрев во время цикла охлаждения. Необходимо знать, что баня с металлом может загрязниться или слишком окислиться. В случае загрязнения или окисления металл заменяют.

А.6 Реактивы и материалы

А.6.1 Дистиллированная вода – аналитической чистоты в соответствии с типом III ASTM D 1193, с температурой замерзания 0,0 °С.

А.6.2 Смесь металлов из Sn (50 % по массе), Pb (32 % по массе) и Cd (18 % по массе) – температура застывания 145,0 °С.

А.6.3 *Sn* – 100 %, температура застывания 231,9 °С.

А.6.4 *Pb* – 100 %, температура застывания 327,4 °С.

Приложение Б
(обязательное)

Методика определения времени отклика на температуру

Б.1 *Принцип*

Методы предназначены для определения времени отклика на температуру на основе скорости охлаждения датчика в предписанных условиях.

Б.2 Значение и применение

Описанные методы выполняются для обеспечения способности датчика достаточно быстро откликаться на изменения температуры, чтобы не возникало значительной погрешности в результате введения запаздывания в быстро поднимающуюся температурную кривую.

Б.2.1 Значение испытания очень велико в условиях самых низких давлений, когда энтальпия паров минимальна.

Б.3 Методика

Б.3.1 Помещают стакан воды объемом 1 $дм^3$ на нагревательную плитку, причем стеклянный термокарман удерживается в воде в вертикальном положении. Поддерживают температуру воды 90 °С ± 5 °С.

Б.3.2 Соединяют датчик с подходящим прибором, предпочтительно имеющим цифровое снятие показаний, со считываемостью до 0,1 °С. Альтернативно соединяют датчик с ленточным самописцем подходящего диапазона, который позволит интерполяцию до 0,1 °С. Устанавливают скорость движения ленты не менее 30 см/мин для облегчения считывания.

Б.3.3 Вставляют датчик в отверстие, расположенное по центру одной из боковых граней картонной коробки в форме куба с размером стороны 30 см. Датчик должен удерживаться на месте фрикционной посадкой соединения в отверстии. Записывают температуру внутри коробки, когда она установится постоянной.

Б.3.4 Извлекают датчик и помещают в термокарман в стакане с водой. После достижения датчиком температуры 80 °С, его извлекают и немедленно погружают в отверстие в коробке.

Б.3.5 Наблюдают с секундомером или записывают на ленту интервал времени, необходимый датчику для охлаждения от температуры на 30 °С выше до температуры на 5 °С выше температуры, записанной в Б.3.3.

Б.3.6 Интервал времени, превышающий 200 с, недопустим.

Приложение В
(обязательное)

Методика *градуировки* вакуумных манометров

В.1 Принцип

Градуировка вакуумных датчиков основана на применении манометра МакЛеода, который является единственным приемлемым эталонным манометром для данного диапазона давлений.

ПРИМЕЧАНИЕ Общие принципы конструкции манометров МакЛеода хорошо известны. Размеры и допуски манометра, если правильно применяются, соответствуют требованиям 6.1.5 к диапазону давления от 0,1 кПа до 5 кПа: длина капилляра 200 мм ± 5 мм, диаметр капилляра 2,7 мм (заданный с точностью до 0,002 мм), объем плюс объем капилляра 10,5 $см^3$ ± 0,5 $см^3$ (заданный до 0,05 $см^3$). Манометр является наилучшим по регулировке уровня ртути в ответвлении к давлению системы до точки, противоположной закрытому концу капиллярной трубки. Давление в системе рассчитывают с помощью Формулы (В.1):

$$P = \frac{K \cdot b \cdot h^2}{(V - b \cdot h)}, \qquad (B.1)$$

где K – масштабный коэффициент преобразования мм в $Н/м^2$, равный 133,32;

P – давление в системе, Па;

b – объем капилляра на единицу длины, выраженный в $см^3$/мм;

h – длина капилляра, незаполненного ртутью, мм;

V – суммарный объем шарика и капилляра, $см^3$.

Данное уравнение включает поправочный член, необходимый в случае, когда давление в системе является значительной частью длины капилляра, оставшегося незаполненным ртутью. Требование успешного функционирования данного манометра для измерения давлений в системе в диапазоне от 100 Па до 200 Па (от 0,75 мм рт. мт. до 1,5 мм рт. ст.) представляет собой определение длины капилляра, оставшегося незаполненным ртутью с точностью 0,2 мм. При значениях давления от 0,2 кПа до 2 кПа (от 1,5 мм рт. ст. до 15 мм рт. ст.) точность данного измерения в пределах 0,5 мм достаточна.

В.2 Аппаратура

Схема подходящей установки показана на Рисунке В.1. Установка должна обеспечивать поддержание давлений, устойчивых в пределах 1 % от требуемого давления при давлениях 1 кПа и выше и в пределах 0,01 кПа при давлениях ниже 1 кПа.

В.2.1 При использовании манометра МакЛеода в качестве эталона, манометр должен быть прокален и опустошен при давлении ниже 0,01 кПа, прежде чем снова заполнить его чистой ртутью, и затем защищен от воздействия влаги (влага атмосферного воздуха). Применение двух манометров МакЛеода различных диапазонов рекомендуется для профилактики. Если они согласованы при давлении испытания, система не содержит влаги и других конденсирующихся веществ.

ПРИМЕЧАНИЕ Ртуть – яд. При вдыхании паров или попадании внутрь вредна и может привести к фатальному исходу.



Рисунок В.1 – Градуировка вакуумных манометров

В.3 Методика

В.3.1 Собирают испытательный коллектор в соответствии с Рисунком В.1.

В.3.2 Обеспечивают, чтобы в нем не было протечек и его можно было держать при устойчивом давлении на требуемом уровне. Приемлемым испытанием на герметичность является откачка до давления 0,1 кПа с помощью насоса и последующая изоляция насоса. Наблюдают давление внутри блока не менее 1 мин. Если давление поднимется не более чем на 0,01 кПа за период 1 мин, то прибор считается приемлемым.

В.3.3 Присоединяют эталонные манометры и манометры для градуировки. Регулируют давление в системе до требуемого уровня при испытании и осуществляют испытание герметичности как описано выше.

В.3.4 Считывают и регистрируют давления, указанные всеми манометрами по возможности одновременно.

В.3.5 Повторяют описанную выше процедуру при уровнях давления 0,13; 1,3 и 6,7 кПа (1; 10 и 50 мм рт. ст.).

В.3.6 Получают график поправок для прибавления к уровню давления каждого испытываемого манометра. Допускается использовать для интерполяции по необходимости.

Приложение Г
(обязательное)

Система регулирования давления

Г.1 В качестве удовлетворительного примера системы регулирования давления рекомендуется использовать вакуумный насос низкой эффективности и высокой мощности, соединенный с одним из двух уравнительных резервуаров, каждый из которых имеет вместимость от 10 дм^3 до 20 дм^3, соединенных последовательно. Электромагнитный клапан или регулятор другого типа установлен в соединение между резервуарами таким образом, чтобы первый резервуар поддерживался при давлении насоса, а второй при давлении перегонной установки.

Г.1.1 С некоторыми установками желательно иметь небольшую утечку во втором резервуаре, что приведет к тому, что средства управления будут срабатывать через регулярные интервалы для обеспечения гладкой работы. Опыт показывает, что утечка должна поддерживаться на абсолютном минимуме, чтобы предотвратить потерю паров через соединение манометра в верхней части колонны.

Г.1.2 Линии соединения от второго резервуара к вакуумной перегонной установке должны быть по длине короткими, а по диаметру большими. Предлагается минимальный внутренний диаметр 12 мм.

Г.1.3 Для многокомпонентных неподвижных конструкций возможно применение большого насоса и большого уравнительного резервуара низкого давления. Несколько резервуаров меньшего размера, работающих при давлениях различных перегонок, разрешается присоединить к большому уравнительному резервуару низкого давления с отдельными регуляторами давления. Другие конструкции разрешается использовать, при условии, что давление устанавливается постоянным в рамках пределов, заданных в 6.1.7.

ПРИМЕЧАНИЕ Если используется электромагнитный клапан или другой регулятор, работающий от электричества, требуется подходящий стабилизатор давления (маностат) для активации регулирующего приспособления. Множество таких маностатов описано в литературе или имеется у поставщиков лабораторного оборудования. В качестве альтернативы отдельному маностату и электромагниту используют маностат Декарта. Данное устройство способно поддерживать давление в системе в заданных пределах ниже давления около 1 кПа.

Приложение Д
(обязательное)

Проверка установки топливом-реактивом

Д.1 Проверяют собранную установку, включая ранее градуированные датчики измерения давления и температуры и соответствующего оборудования, чтобы показать правильность сборки и контроль работы. Выполняют методику испытания в соответствии с описанием при испытательном давлении, связанным с конкретной пробой или при двух или более давлениях, связанных с общими проверками оборудования, используя н-гексадекан или н-тетрадекан.

Д.1.1 При использовании н-гексадекана средняя температура перегонки, полученная в диапазоне от 10 % до 90 % отгона включительно, должна соответствовать данным Таблицы Д.1.

Таблица Д.1 – Температуры перегонки эталонных соединений

Давление		Диапазон температур	
кПа	мм рт. ст.	н-тетрадекан	н-гексадекан
0,13	1,0	78,9-81,9	104,3-107,6
0,67	5,0	106,4-109,4	133,1-136,4
1,34	10,0	120,2-123,2	147,5-150,8
2,7	20,0	135,5-138,5	163,3-166,7
5,3	40,0	152,5-155,5	181,1-184,4
6,7	50,0	158,3-161,3	187,2-190,6

Д.1.2 Для давлений свыше 0,1 кПа, не приведенных в Таблице Д.1, диапазон средних температур не должен отклоняться более чем на 1,5 °С от температуры t, задаваемой с помощью Формул (Д.1) или (Д.2):

$$t = \left[\frac{1831{,}316}{6{,}14438 - \log P}\right] - 154{,}53, \qquad (Д.1)$$

где P измеряется в кПа;
t – в °С,
или

$$t = \left[1831{,}316 \times (7{,}01944 - \log P)\right] - 154{,}53, \qquad (Д.2)$$

где P – в мм рт.ст.;
t – в °С.

Д.1.3 При использовании н-тетрадекана, средняя температура перегонки, полученная в диапазоне от 10 % до 90 % отгона включительно, должна соответствовать данным Таблицы Д.1.

Д.1.4 Для давлений свыше 0,1 кПа, не приведенных в Таблице Д.1, и если используют н-тетрадекан, диапазон средних температур не должен отклоняться более чем на 1,5 °С от температуры t_{14}, задаваемой Формулой (Д.3):

$$t_{14} = \left[\frac{1747.452}{6{,}1471 - \log P}\right] - 168{,}44 \quad , \qquad (Д.3)$$

где P измеряется в кПа;
t – в °С,
или Формулой (Д.4):

$$t_{14} = \left[1747{,}452 \times \left(7{,}02216 - \log P\right)\right] - 168{,}44 \quad , \qquad (Д.4)$$

где P – в мм рт.ст.;
t – в °С.

Приложение Е
(обязательное)

Обезвоживание пробы и подавление вспенивания

Е.1 Обезвоживание пробы

В качестве подходящих средств обезвоживания проб, которые будут подвергнуты перегонке, рекомендуется использовать методы, указанные ниже. Нагревают 300 $см^3$ пробы до 80 °С, добавляют от 10 г до 15 г плавленого хлорида кальция ($CaCl_2$) измельченного до размера от 8 меш[1)] до 12 меш. Дают смеси остыть без перемешивания и удаляют слой масла декантированием.

Е.2 Подавление вспенивания и бурление пробы

Е.2.1 Склонность проб к бурлению или избыточному вспениванию является серьезным препятствием успешной перегонке нефтепродуктов под вакуумом. В некоторых случаях это является причиной присутствия воды или растворенных газов, но множество проб вспенивается, даже если они не содержат нежелательных примесей. Не существует единого мнения, касающегося наилучшего способа снизить избыточное вспенивание до управляемых пропорций. Следующие методы предлагаются для примеров средств, успешно применяемых для снижения вспенивания.

Е.2.2 Дегазация

Методика, описанная в 10.6, предназначена для выполнения дегазации. Медленные скорости уменьшения давления или увеличения температуры, или то и другое вместе, для масла в колбе являются важными факторами достижения успеха с помощью этого средства. Другой способ дегазации заключается в фильтровании пробы под вакуумом до взвешивания.

Е.2.3 Применение стальной ваты

Отделяют кусочек массой примерно 10 г складчатой стальной ваты среднего сорта. Расправляют и отделяют нити длиной от 8 мм до 10 мм. Протягивают каждую нить по отдельности в колбу. Избегают плотной укладки или образования крупных полостей. Наполняют верхнюю половину колбы стальной ватой, при этом не дают нитям более чем на 6 мм заходить в горлышко колбы. Альтернативно берут от 0,5 г до 0,6 г марки 2, скатывают в пять шариков, каждый диаметром примерно от 8 мм до 10 мм и бросают в колбу.

Е.2.4 Кипелки

Кипелки состоят из кусочков колотых фарфоровых чашек для просушки или разломанных алундовых гильз, которые бросают в колбу до начала перегонки. Плоские гранулы Hengar, которые используют в определениях азота по Кьендалю (Kjendahl) используют аналогичным образом.

ПРИМЕЧАНИЕ Применение средств защиты от бурления при кипении могут повлиять на кривую дистилляции. Их применение должно быть ограничено теми случаями, когда они абсолютно необходимы для выполнения перегонки.

Е.2.5 Силиконовые жидкости

Добавление от 1 до 2 капель силиконового масла 5 (350 $мм^2/с$) к пробе в колбе эффективно для подавления образования пены в большинстве случаев. Однако аналитические испытания, выполненные с продуктами данного метода, могут идти с отклонениями в присутствии этих жидкостей, поэтому в протоколе испытания необходимо отметить их применение.

[1)] *Меш (англ. mesh — петля, ячейка сети, отверстие сита) — внесистемная единица измерения для проволочных сеток (сит). Равна количеству отверстий на 1 линейный дюйм (25,4 мм).*

Е.2.6 Подготовка колбы

В некоторых лабораториях обрабатывают колбу изнутри до применения в перегонке, чтобы обеспечить активную поверхность вскипания. Методы, применяемые с этой целью, включают следующие: кипячение 33 % раствора гидроксида натрия в течение диапазона времени от 15 мин до 20 мин, протравливание внутренней поверхности колбы парами фтористоводородной кислоты и введение мелких частиц карборунда или фриттового стекла в дно колбы.

Приложение Ж
(обязательное)

Методика преобразования наблюдаемых температур пара в эквивалентные температуры при атмосферном давлении (АЕТ)

Ж.1 Применение преобразования температур пара

Ж.1.1 Методы преобразования температур пара применяются для преобразования фактической температуры перегонки, полученной при давлении ниже окружающего в температуру, соответствующую эквивалентной точке кипения при атмосферном давлении, 101,3 кПа (760 мм рт. ст.) с помощью уравнений, выведенных Максвеллом и Боннелом[1)].

Ж.2 Значение и применение

Ж.2.1 Окончательные данные по температурам эквивалентным атмосферному давлению получают вычислением.

Ж.3 Расчеты

Ж.3.1 Преобразуют наблюдаемые температуры пара в эквивалентную температуру, используя Формулу (Ж.1):

$$AET = \frac{748{,}1 \times A}{\left[1/\left(T + 273{,}1\right)\right] + 0{,}3861 \times A - 0{,}0051606} - 273{,}1 \quad \text{(Ж.1)}$$

где AET – эквивалентная температура при атмосферном давлении;

T – наблюдаемая температура пара, °С.

Ж.3.1.1 Рассчитывают А, используя Формулы (Ж.2) или (Ж.3):

$$A = \frac{5{,}14322 - 0{,}972546 \times \log_{10} P}{2579{,}329 - 95{,}76 \times \log_{10} P} \quad \text{(Ж.2)}$$

где P – рабочее давление, кПа (рабочее давление ≥ 0,266 кПа);

или

$$A = \frac{5{,}994295 - 0{,}972546 \times \log_{10} P}{2663{,}129 - 95{,}76 \times \log_{10} P} \quad \text{(Ж.3)}$$

где P – рабочее давление, мм рт. ст. (рабочее давление ≥0,2 мм рт. ст.).

Ж.3.1.2 Если рабочее давление < 0,266 кПа (< 2 мм рт. ст.), рассчитывают A, используя Формулы (Ж.4) или (Ж.5):

$$A = \frac{5{,}897249 - 0{,}987672 \times \log_{10} P}{2962{,}909 - 43{,}00 \times \log_{10} P} \quad \text{(Ж.4)}$$

где P – рабочее давление, кПа;

или

[1)] Maxwell and Bonnell, Industrial Engineering Chemistry, Vol.49, 1957, p.1187.

$$A = \frac{6{,}761559 - 0{,}987672 \times \log_{10} P}{3000{,}538 - 43{,}00 \times \log_{10} P}, \qquad (Ж.5)$$

где P – рабочее давление, мм рт. ст.

Ж.3.2 *Формулы* верны для проб, которые имеют фактор-К Уотсона (Watson) К = 12,0 ± 0,2. Принимают фактор-К равным 12 и пренебрегают любым влиянием К, если не имеется взаимного соглашения об обратном.

Ж.3.3 *При необходимости* поправки, рассчитывают фактор-К с помощью Формулы (Ж.6):

$$K = \frac{\sqrt[3]{1{,}8 \times (B + 273{,}1)}}{D}, \qquad (Ж.6)$$

где B – усредненная температура кипения, °С;

D – относительная плотность при 15,6/15,6 °С.

Ж.3.3.1 По традиции используют либо среднюю точку температуры пара пробы, либо среднюю точку газовой хроматографической дистилляции пробы для усредненной точки кипения. В любом случае метод должен быть установленным.

Ж.3.3.2 Оценку фактора-К выполняют с помощью Рисунка Ж.1

Ж.3.4 Рассчитывают поправку для применения к АЕТ с помощью Формулы (Ж.7):

$$t = -1{,}4 \times [K - 12] \cdot \left[\log_{10} \left(\frac{P_a}{P_0} \right) \right], \qquad (Ж.7)$$

где t – поправка, °С;

P_a – атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.);

P_0 – наблюдаемое давление, кПа (мм рт. ст.).

Ж.3.4.1 Оценку поправки выполняют с помощью Рисунка Ж.2.

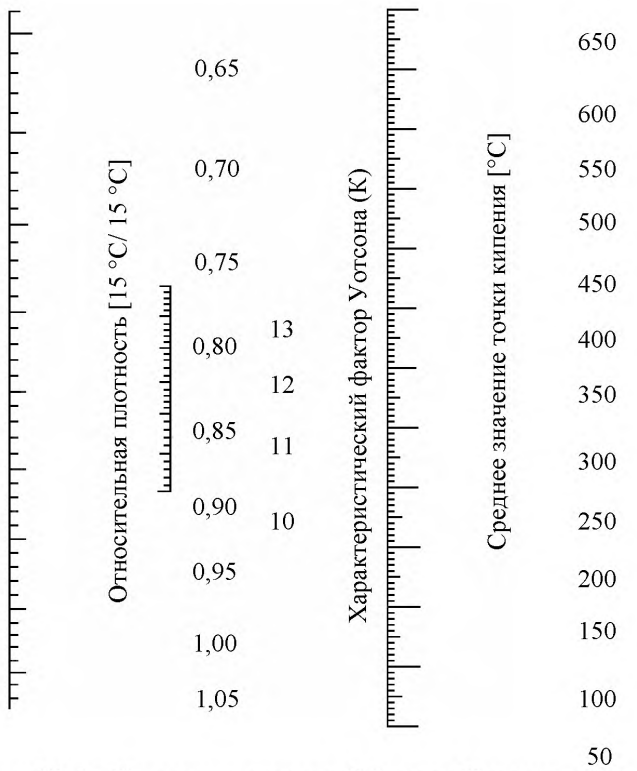


Рисунок Ж.1 – Характеристический фактор Уотсона нефтяных фракций

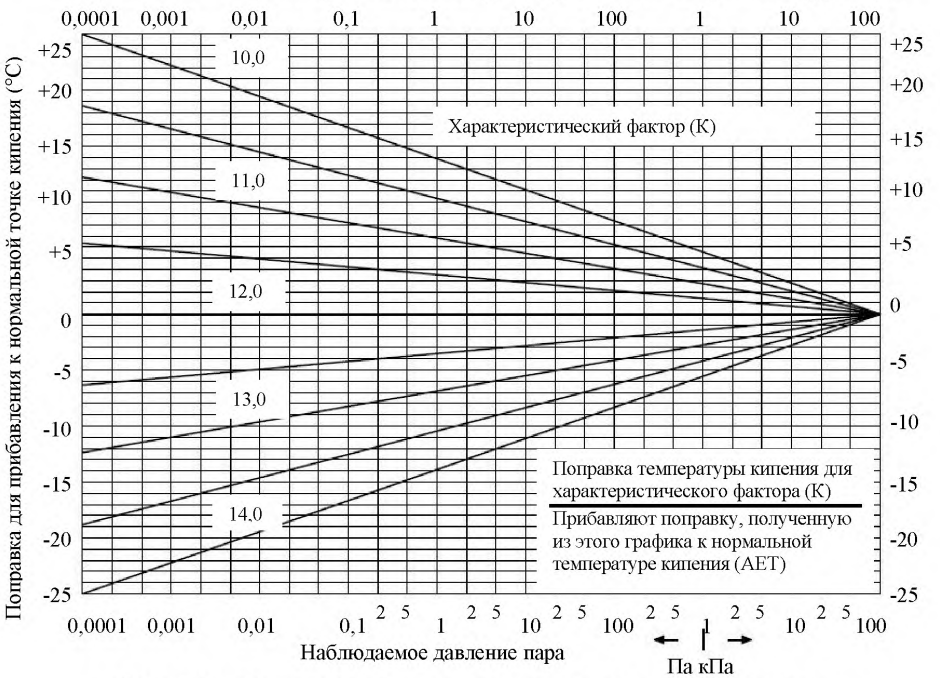


Рисунок Ж.2 – Поправки температур кипения для К-фактора

Приложение И
(обязательное)

Пример расчетов точности

И.1 Процедура

И.1.1 Для данного (указанного) процента возвращенного вещества от перегонки при данном (указанном) давлении (0,13 кПа или 1,3 кПа) рассчитывают изменение температуры на процент возвращенного вещества по объему {°С(АЕТ)/V %}.

И.1.2 Ищут желаемую точность (повторяемость и воспроизводимость) в Таблице 2. Используют линейную интерполяцию, чтобы найти точность, если °С(АЕТ)/V *в процентах* не является целым числом.

И.2 Пример

Желаемый результат: воспроизводимость 30 % возврата, 0,13 кПа (1 мм рт.ст.), °С:

АЕТ (°С) 40 % 443

АЕТ (°С) 30 % 427

АЕТ (°С) 20 % 409

°С/V % = (443 – 409)/(40 – 20) = 34/20 = 1,7.

Из Таблицы 2 воспроизводимость 0,13 кПа (1 мм рт.ст.), возврат между 5 % и 50 % (включительно):

°С/V % 1,5 = 13

°С/V % 2,0 = 16

Поэтому: 13 + (0,2/0,5)·(16 – 13) = 14,2, округленно 14 °С.

Приложение К
(обязательное)

Перегонка нефтепродуктов при пониженном давлении (автоматическая)

К.1 Применение метода перегонки (автоматическая) при пониженном давлении

Настоящий метод испытаний, описанный ниже, охватывает определение при пониженном давлении с помощью автоматического оборудования диапазона температур кипения нефтепродуктов, которые могут частично или полностью испаряться при максимальной температуре жидкости 400 °С.

К.2 Сущность метода

Пробу перегоняют на автоматической перегонной установке, которая дублирует условия перегонки, описанные в ручной методике. Получают данные по начальной температуре кипения (IBP), конечной температуре кипения (FBP) и строят кривую перегонки для эквивалентной температуры при атмосферном давлении (AET) и объема.

К.3 Аппаратура

Автоматическую установку рекомендуется конструировать таким образом, чтобы включить компоненты в соответствии с описанием в 6.1. Изготовитель может включить добавочные компоненты, которые не заданы, но и не являются существенными для получения удовлетворительных результатов, однако желательны для установки с целью эффективного ее использования и облегчения работы.

К.3.1 Повторитель уровня (записывающий механизм) для измерения объема жидкости, возвращенной в приемник. Система должна иметь разрешение 0,1 $см^3$ с точностью ± 1 $см^3$. *Градуировку* установки следует подтвердить в соответствии с инструкциями изготовителя.

К.3.2 Вакуумный манометр, обеспечивающий измерение абсолютного давления с точностью ± 10 кПа (± 0,08 мм рт.ст.) при 1 кПа (7,5 мм рт.ст.) и ниже. Вакуумметр является электронной системой измерения давления. Точность ± 1 % от наблюдаемого показания требуется в диапазоне выше 1 кПа. Электронные диафрагменные манометры способны достичь такого уровня точности, но они должны быть тщательно градуированы и периодически подвергаться очередной проверке, в соответствии с Приложением В.

К.3.3 Система контроля температуры камеры приемника, обеспечивающая контроль температуры приемника в диапазоне от 32 °С до 78°С.

К.4 Пробы и требования к пробам

Требования к пробам и отбору проб описаны в Разделе 8.

К.5 Подготовка установки

Прибор готовят в соответствии с инструкциями изготовителя.

К.6 Методика

К.6.1 Устанавливают температуру охлаждающей среды холодильника до значения не менее чем на 30 °С ниже самой низкой температуры пара, которая будет наблюдаться при перегонке. Температура около 60 °С считается удовлетворительной для большинства проб.

К.6.2 Определяют плотность пробы при температуре приемника с помощью ареометра по ASTM D 1298, с помощью цифрового плотномера по ASTM D 4052 или используя либо математические выкладки, либо таблицы ASTM D 1250 или комбинацию данных методов.

К.6.3 Исходя из плотности пробы, определяют массу с точностью до 0,1 г, эквивалентную 200 $см^3$ пробы при температуре приемника. Берут навеску такого количества нефтепродукта в перегонную колбу.

К.6.4 Смазывают шаровые шарнирные соединения перегонной установки подходящей смазкой. Соединяют колбу с нижним шаровым шарниром перегонной насадки, помещают нагреватель под колбу, ставят на место верхнюю оболочку и соединяют остальные части установки, используя пружинные зажимы для крепления соединений.

К.6.5 Вставляют температурный датчик в термокарман колбы.

К.6.6 Устанавливают рабочее давление на предписанное значение для перегонки (см. Примечание в 10.2). Давление рекомендуется понижать автоматически поэтапно, чтобы предотвратить вспенивание пробы.

К.6.7 Устанавливают начальную скорость нагрева на желаемое значение. Установка должна иметь возможность регулировать подвод тепла таким образом, чтобы дистиллят возвращался с равномерной скоростью от 6 $см^3$/мин до 8 $см^3$/мин.

К.6.8 После обеспечения управления установкой в соответствии с инструкциями изготовителя приступают к перегонке.

К.6.9 Установка будет автоматически записывать начальную температуру кипения, конечную температуру кипения, объемные проценты возврата и соответствующие фактические температуры и скорости перегонки. Фактические записанные температуры автоматически преобразуются в эквивалентные температуры при атмосферном давлении (АЕТ) при помощи программного обеспечения, поставляемого изготовителем. Такое преобразование следует основывать на Формуле (Ж.1).

К.6.10 Если температура жидкости достигает 400 °С или если температура пара достигает максимума до того, как наблюдается конечная температура, перегонную установку необходимо отключить и прервать перегонку. Установка должна автоматически записать температуру пара и общий объем возврата в процентах в момент прекращения перегонки.

К.6.11 По завершении перегонки установка будет автоматически входить в цикл охлаждения. После того, как температура упадет ниже безопасного предела (100 °С), давление в перегонной установке постепенно увеличивают до атмосферного. Колбу и приемник удаляют для промывки. Если необходимо разобрать установку до того как содержимое охладится ниже 100 °С, используют сухой азот для приведения давления в системы к атмосферному.

К.6.12 Установку моют в соответствии с 10.13.

К.6.13 Материал в охлаждаемой ловушке собирают в соответствии с 10.12.

К.7 Точность и систематическая погрешность

Точность и систематическая погрешность не определены.

ПРИМЕЧАНИЕ Точность метода испытаний с применением автоматической установки находится в стадии определения. Систематическая погрешность между ручным и автоматическим методами находится в стадии определения.

Приложение Л
(информационное)

Процедура присоединения средства для измерения температуры пара

Л.1 Инструмент для помощи при определении точки перелива изготовлен из 3-миллиметрового стержня длиной 300 мм. Загиб под прямым углом выполнили на расстоянии 25 мм от одного конца. Затем поместили гибкую пластиковую трубку внутренним диаметром 2 мм от конца на общее расстояние 30 мм. Гибкая пластиковая трубка используется для предотвращения царапанья стекла. Длина колена зависит от ВД перегонной колонны.

Л.2 Данный инструмент, опущенный на дно перегонной колонны, осторожно поднимают со дна колонны, пока конец не войдет в конденсационное ответвление. Кончик изогнутого конца затем следует упереть в самую верхнюю точку нижнего внутреннего соединения перегонной колонны и отдела холодильника колонны в вакуумной рубашки в сборе. Это точка перелива. Затем с помощью шариковой ручки делают метку на одной стороне наружного стекла перегонной колонны на одной линии с нижней частью инструмента. Повторяют данный этап на противоположной стороне перегонной колонны. С помощью двух поверочных линеек подтверждают, что расстояние от верха перегонной колонны вниз до каждой из двух меток одинаково. Если оба расстояния не одинаковы, повторяют шаги, описанные выше.

Л.3 Как точка перелива определена, делают еще одни метки на двух сторонах наружного стекла на 3 мм ± 1 мм ниже меток, определенных ранее. Это метки, где следует расположить верхнюю часть чувствительного кончика датчика. (Если возможно, эти два набора меток следует нанести на перегонную колонку навсегда, поскольку они не должны изменяться, если не производят ремонт стеклянных частей).

Л.4 Держа перегонную колонну таким образом, чтобы видеть насквозь, вставляют в нее вниз термопару, которая должна размещаться в конусном навинчивающемся колпачке. Установив конусный фитинг в нормальное рабочее положение, регулируют термопару (вверх – вниз) таким образом, чтобы верхняя часть чувствительного кончика датчика совмещалась с двумя нижними метками, нанесенными на наружное стекло колонны. Добившись правильного расположения, затягивают винтовой колпачок. Затем отмечают точку, где термопара выровнена с верхней частью винтового колпачка с постоянной маркировкой. Эта маркировка будет точной для данной конкретной перегонной колонны, конического винтового колпачка и термопары и может использоваться для поверки правильного выравнивания.

Приложение Д.А
(информационное)

Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов ссылочным международным стандартам (международным документам)

Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов ссылочным международным стандартам (международным документам) приведены в Таблице Д.А.1.

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственных стандартов

Обозначение и наименование международного стандарта, международного документа	*Степень соответствия*	*Обозначение и наименование государственного стандарта*
ASTM D 613-10 Test method of the cetane number of diesel fuel oil (Метод определения цетанового числа дизельного топлива).	*MOD*	*СТ РК ГОСТ Р 52709-2010 Топлива дизельные. Определение цетанового числа*
ASTM D 1193-06 Specification for reagent water (Вода реактивной чистоты. Технические условия)	*IDT*	*СТ РК АСТМ Д 1193 – 2010* Спецификация на воду-реактив*
ASTM D 1298-99 (2005) Test method for density, relative density (specific gravity), or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method (Стандартный метод определения плотности, относительной плотности (удельного веса) или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром).	*MOD*	*СТ РК 1642-2007 Нефть. Метод определения плотности,относительной плотности (удельного веса) илил плотности в градусах API*
ASTM D 4057-06 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов).*	*–*	*СТ РК ИСО 3170-2006 Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб*

* *Подлежит публикации.*

УДК 665.71:665.63 **МКС 75.080**

Ключевые слова: температура, эквивалентная атмосферному давлению (АЕТ); давление, диапазон кипения, перегонка, вакуумная перегонка, нефтепродукты

Басуға _____ж. қол қойылды. Пішімі 60х84 1/16 Қағазы офсеттік.
Қаріп түрі «Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана.
Тапсырыс ____ _____
«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8(7172) 240074, 793324

gost.e-ecolog.ru