ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

**СТБ ИСО 3405-2003**

**Нефтепродукты**

# МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

**Нафтапрадукты**

# МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ФРАКЦЫЙНАГА САСТАВУ ПРЫ АТМАСФЕРНЫМ ЦІСКУ

**(ISO 3405:2000, IDT)**

**Издание официальное**

БЗ 2-2003



**Госстандарт**
**Минск**

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.7.014(083.74) МКС 75.080 (КГС Б09) IDT

**Ключевые слова:** нефтепродукты, характеристики дистилляционные, определение, давление атмосферное, перегонка, температура начала кипения, температура конца кипения

## Предисловие

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

ВНЕСЕН Управлением стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 апреля 2003 г. № 22

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3405:2000 Petroleum products. Determination of distillation characteristics at atmospheric pressure (ИСО 3405:2000 Нефтепродукты. Определение дистилляционных характеристик при атмосферном давлении)

Международный стандарт разработан ИСО/ТК 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы»

Перевод с английского языка (en)

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС

Сведения о соответствии международных стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве модифицированных государственных стандартов, приведены в дополнительном приложении F

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

## Содержание

1 Область применения ....1
2 Нормативные ссылки ....1
3 Определения ....2
4 Сущность метода ....2
5 Аппаратура ....3
5.1 Общие положения ....3
5.2 Колба для перегонки ....3
5.3 Холодильник и охлаждающая баня ....3
5.4 Металлический экран или кожух для колбы (для ручной аппаратуры) ....6
5.5 Источник нагрева ....6
5.6 Подставка для колбы ....6
5.7 Мерные цилиндры ....7
5.8 Средства измерения температуры ....8
5.9 Устройство центрирования ....8
5.10 Барометр ....8
6 Отбор проб ....9
7 Подготовка аппаратуры ....10
8 Поверка приборов ....12
8.1 Самописец (механизм, следящий за уровнем) ....12
8.2 Электронные устройства для измерения температуры ....12
9 Проведение испытания ....13
10 Расчет ....15
11 Обработка результатов ....17
12 Точность метода ....17
12.1 Общие положения ....17
12.2 Сходимость ....18
12.3 Воспроизводимость ....18
12.4 Отклонение (систематические погрешности) ....20
13 Протокол испытаний ....20
Приложение A Технические характеристики термометров ....21
Приложение B Определение времени запаздывания термометра и установленные данные перегонки ....22
Приложение C Примеры расчета данных ....24
Приложение D Сравнение результатов ручной и автоматической перегонки ....27
Приложение E Поправки на ртутный столбик к показаниям прибора контроля температуры ....29
Приложение F Сведения о соответствии международных стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве модифицированных государственных стандартов ....30

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

# Нефтепродукты
# МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

# Нафтапрадукты
# МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ФРАКЦЫЙНАГА САСТАВУ ПРЫ АТМАСФЕРНЫМ ЦІСКУ

# Petroleum products
# METHOD OF DETERMINATION OF FRACTIONAL COMPOSITION AT ATMOSPHERIC PRESSURE

**Дата введения 2003-11-01**

Предупреждение – Применение настоящего стандарта связано с использованием опасных веществ, операций и оборудования. Настоящий стандарт не охватывает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья и установление ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения фракционного состава легких и средних нефтяных дистиллятов с температурой начала кипения выше 0 °С и температурой конца кипения приблизительно 400 °С, с применением ручного либо автоматического оборудования. При разногласиях, если не указывается иное, используется метод с применением ручного оборудования.

Примечание – Метод применим к нефтепродуктам, содержащим незначительные количества компонентов не нефтяного происхождения, но точность метода может удовлетворять не во всех случаях.

Фракционный состав углеводородов оказывает важное влияние на их безопасность и эксплуатационные качества, особенно для бензина и растворителей. Диапазон кипения дает важную информацию о составе и поведении углеводородов при хранении и использовании, а уровень испаряемости является важным фактором в применении многих растворителей.

Предельные значения установленного фракционного состава используются при перегонке большинства нефтепродуктов, для того чтобы контролировать эксплуатационные качества на месте потребления и регулировать образование паров, которые могут образовывать взрывоопасные смеси с воздухом или испаряться в атмосферу в виде загрязняющих веществ.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ИСО 918:1983 Жидкости органические летучие технические. Определение дистилляционных характеристик

ИСО 3170:1988 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб

ИСО 3171:1988 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов

ИСО 4259:1992 Нефтепродукты. Определение и применение показателей точности методов испытания

ИСО 4788:1980 Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры

Издание официальное

## 3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 Температура разложения:** показание термометра (скорректированное), соответствующее первым признакам термического разложения жидкости в колбе.

Примечание – Характерными признаками термического разложения являются выделение белых паров и неустойчивые показания термометра, которые обычно уменьшаются после любой попытки отрегулировать нагрев.

**3.2 Температура конца кипения:** показание термометра (скорректированное), отмеченное в момент испарения последней капли жидкости со дна колбы. Капли или пленка жидкости на боковой стенке колбы или на термометре не учитываются.

Примечание – На практике чаще применяют термин «температура выкипания», чем «температура конца кипения». Последняя может быть использована для дистиллятов специального назначения, например, применяемых в лакокрасочной промышленности. Также он заменяет термин «температура конца кипения» при испытании проб, когда точность определения температуры кипения не удовлетворяет требованиям, изложенным в разделе 12.

**3.3 Температура выкипания:** максимальное показание термометра (скорректированное), полученное во время испытания.

Примечание – Обычно наблюдается после испарения всей жидкости со дна колбы.

**3.4 Температура начала кипения:** показание термометра, отмеченное (скорректированное) в момент падения первой капли конденсата с нижнего конца трубки холодильника.

**3.5 Выпаривание:** сумма отогнанного продукта и потерь, %.

**3.6 Потери:** разность между 100 и восстановленным общим отгоном, %.

Примечание – Иногда так называемые «начальные потери» – это количество несконденсированного продукта, потерянного на начальных стадиях перегонки.

**3.7 Скорректированные потери:** потери, скорректированные на барометрическое давление.

**3.8 Объем отогнанного продукта:** объем конденсата, наблюдаемый в приемном цилиндре в любой момент перегонки, который отмечают одновременно с показанием термометра, и выраженный как процентное отношение к объему продукта до перегонки, %.

**3.9 Отгон:** максимальный объем конденсата в соответствии с 9.10, %.

**3.10 Остаток:** объем остатка, измеренный в соответствии с 9.11 и выраженный как процентное отношение к объему продукта до перегонки.

**3.11 Общий восстановленный отгон:** сумма объемов отгона и остатка в колбе, определенная в соответствии с 10.1, %.

**3.12 Показание термометра:** температура, зарегистрированная прибором контроля температуры, измеренная в горловине колбы ниже пароотводной трубки при определенных условиях испытания.

**3.13 Показание температуры:** показание термометра или устройства измерения температуры (3.12), скорректированное на барометрическое давление 101,3 кПа.

**3.14 Эффект ртутного столба:** поправка к показанию ртутного термометра, вызванная применением полностью погружаемого ртутного термометра, в режиме частичного погружения.

Примечание – Выступающая наружу часть ртутного столба имеет более низкую температуру, чем погруженная часть, что отражается на более низком показании температуры, чем то, которое получено, когда термометр был полностью погружен для калибровки.

**3.15 Температурное сопротивление:** отклонение в показаниях ртутного термометра от показаний электронного устройства измерения температуры, вызванное различным временем срабатывания используемых систем.

## 4 Сущность метода

Пробу относят к одной из пяти групп, выделенных в зависимости от состава и предполагаемых характеристик летучести. Для каждой группы установлены сборка аппаратуры, температура охлаждающего устройства и другие условия проведения испытания. Часть испытуемой пробы объемом 100 $см^3$ перегоняется при определенных условиях, соответствующих группе, к которой отнесена проба, проводят систематические наблюдения за показаниями термометра и объемами отогнанного продукта. Измеряют объем остатка в колбе и записывают потери при перегонке. Показания термо-

метра корректируют на барометрическое давление, а затем эти данные используются для расчетов, в зависимости от природы продукта и технических требований.

## 5 Аппаратура

### 5.1 Общие положения

Аппаратура для ручного метода перегонки показана на рисунках 1 и 2.

### 5.2 Колбы для перегонки

Колбы для перегонки должны быть изготовлены из термостойкого стекла в соответствии с размерами и допусками, показанными на рисунках 3 и 4, и иметь вместимость 100 $см^3$ или 125 $см^3$.

Примечание – Для испытаний, в которых определяют температуру конца перегонки нефтепродуктов, целесообразно применять специально отобранные колбы, дно и стенки которых имеют одинаковую толщину.

### 5.3 Холодильник и охлаждающая баня

Типовые холодильник и охлаждающая баня показаны на рисунках 1 и 2.

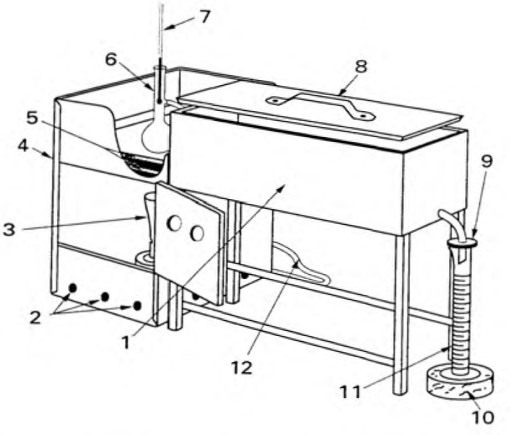
Примечание – Можно применять другие типы аппаратуры при условии, что результаты испытания, полученные при ее использовании, будут соответствовать результатам, полученным при использовании описанной аппаратуры, и удовлетворять критериям точности, приведенным в разделе 12.

**5.3.1** Холодильник должен быть изготовлен из цельной коррозионностойкой металлической трубки длиной (560 ± 5) мм, внешним диаметром 14 мм и толщиной стенки от 0,8 до 0,9 мм.

Примечание – Подходящими материалами для его изготовления являются латунь и нержавеющая сталь.

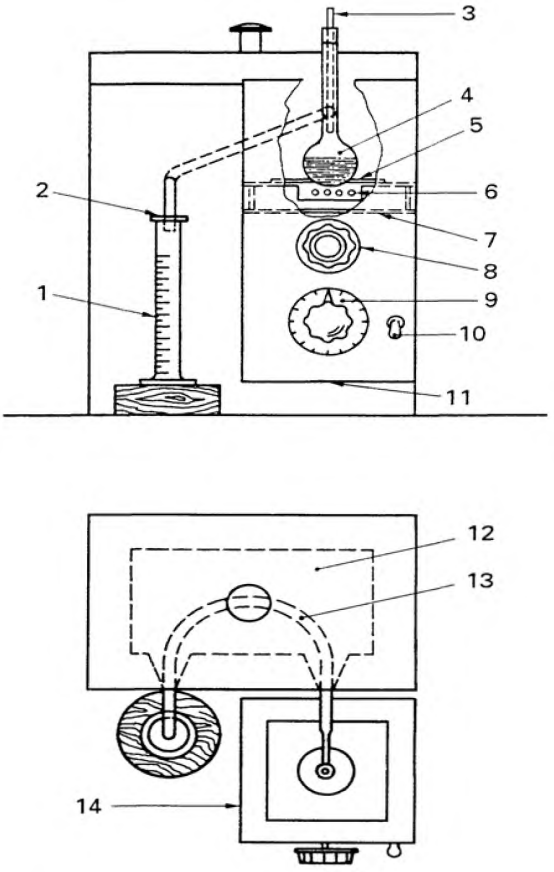
**5.3.2** Трубка холодильника должна быть установлена так, чтобы часть ее длиной (393 ± 3) мм была погружена в охлаждающую среду, верхний конец трубки выступал из охлаждающей бани на (50 ± 3) мм, а нижний на (114 ± 3) мм. Верхний выступающий конец трубки должен находиться под углом 75° к вертикали. Часть трубки, находящаяся внутри охлаждающей бани, может быть прямой или плавноизогнутой. Средний угол наклона должен составлять 15° ± 1° относительно горизонтальной оси, а отрезок кривой длиной 100 мм должен быть под уклоном не менее 15° ± 3°. Выступающая нижняя часть трубки холодильника длиной 76 мм должна быть изогнута вниз, и нижний конец обрезан под острым углом. Необходимо создать условия для стекания дистиллята по стенкам приемного мерного цилиндра. На рисунке 5 показан нижний конец трубки холодильника.

Примечание – Для того чтобы дистиллят стекал по стенкам мерного цилиндра, можно использовать капельный дефлектор, который вставляется в ресивер, или трубку холодильника, направленную вниз и отведенную слегка назад так, чтобы она соприкасалась со стенкой мерного цилиндра в точке, расположенной на расстоянии 25 мм – 32 мм ниже верхней кромки мерного цилиндра, когда он находится в положении для приема дистиллята.




1 – охлаждающая баня; 2 – вентиляционные отверстия; 3 – горелка; 4 – кожух; 5 – жаропрочная прокладка; 6 – колба для перегонки; 7 – термометр; 8 – крышка бани; 9 – фильтровальная бумага; 10 – подставка; 11 – мерный цилиндр; 12 – газопровод

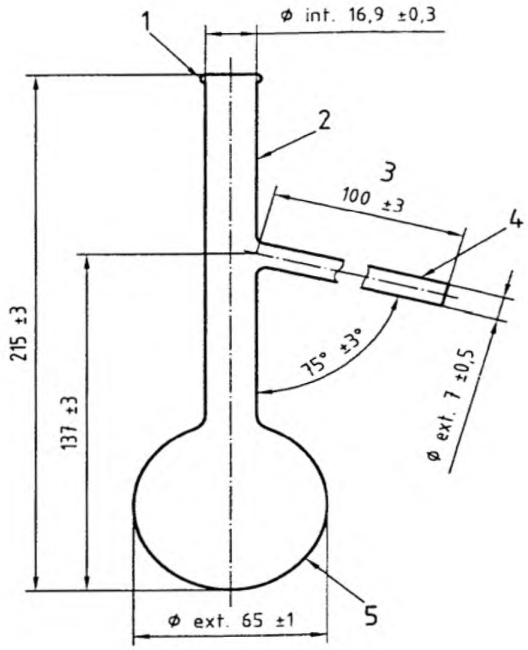
Рисунок 1 – **Аппарат с применением газовой горелки**




1 – мерный цилиндр; 2 – фильтровальная бумага; 3 – термометр; 4 – колба для перегонки; 5 – прокладка под колбой; 6 – электрический нагревательный элемент; 7 – платформа для колбы; 8 – ручка для регулирования положения колбы; 9 – диск для регулирования нагрева; 10 – выключатель; 11 – открытое дно кожуха; 12 – охлаждающая баня; 13 – трубка холодильника; 14 – кожух

Рисунок 2 – **Аппарат с применением электрического нагревателя**

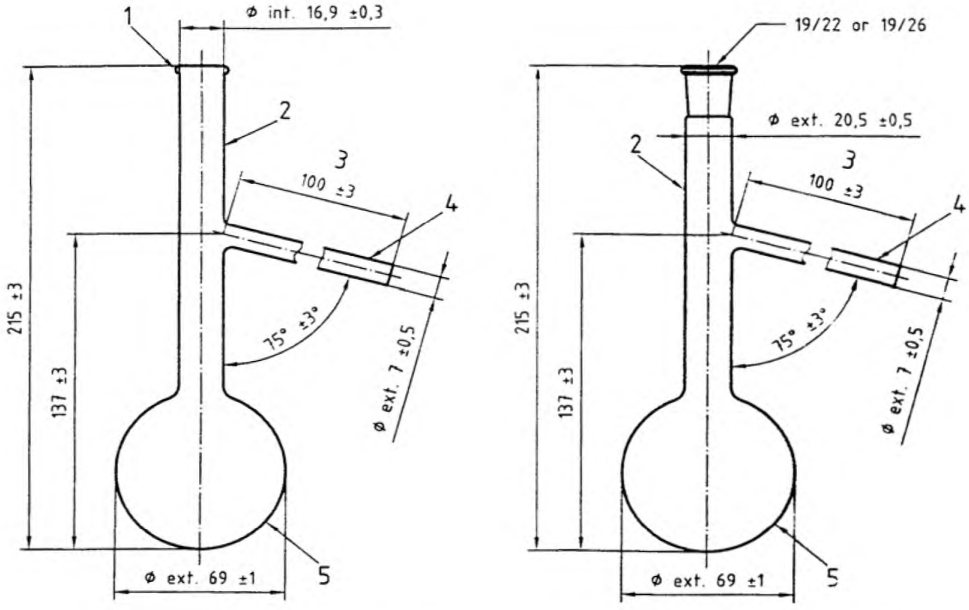
Размеры в миллиметрах




1 – кромочный бортик; 2 – стенка 1,8 ± 0,2; 3 – пароотводная трубка 100 ± 3;
4 – стенка 1,15 ± 0,15; 5 – стенка 1,5 ± 0,5

Рисунок 3 – **Колба для перегонки вместимостью 100 см$^3$**

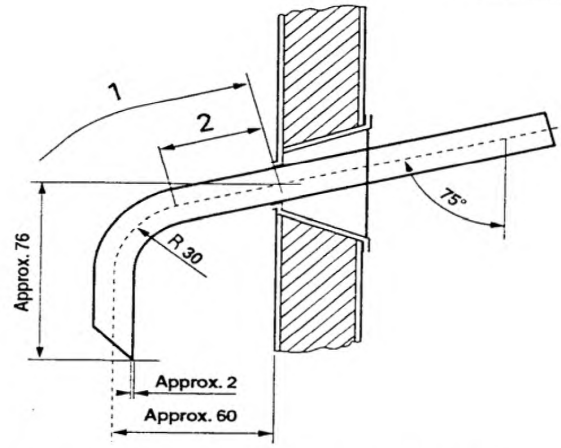
Размеры в миллиметрах




1 – кромочный бортик; 2 – стенка 1,8 ± 0,2; 3 – пароотводная трубка 100 ± 3;
4 – стенка 1,15 ± 0,15; 5 – стенка 1,5 ± 0,5

Рисунок 4 – **Колбы для перегонки вместимостью 125 см$^3$ с горлышками различной конструкции**

Размеры в миллиметрах




1 – общая длина 114 ± 2; 2 – линейный участок длиной приблизительно 38

Рисунок 5 – **Нижний конец трубки холодильника**

**5.3.3** Вместимость и конструкция охлаждающей бани зависит от применяемого охлаждающего агента. Охлаждающая способность бани должна быть адекватной для поддержания требуемой температуры, необходимой для образования конденсата. Одна охлаждающая баня может использоваться для нескольких холодильников.

### 5.4 Металлический экран или кожух для колбы (только для ручного аппарата)

Кожух обеспечивает защиту оператора от травм во время испытаний и защиту колб для перегонки от сквозняков. Он должен обеспечивать свободный доступ к колбе во время перегонки и иметь как минимум одно окно, через которое наблюдают за температурой конца кипения в конце перегонки.

Примечания

1 Кожух для аппарата, оборудованного газовой горелкой, должен быть высотой 400 мм, длиной 280 мм и шириной 200 мм и изготавливаться из листового металла толщиной около 0,8 мм (рисунок 1).

2 Кожух для аппарата, оборудованного электронагревателем, должен быть высотой 440 мм, длиной 200 мм и шириной 200 мм и изготавливаться из листового металла толщиной около 0,8 мм (рисунок 2).

### 5.5 Источник нагрева

**5.5.1** Газовая горелка (рисунок 1), обеспечивающая получение первой капли конденсата из холодного нефтепродукта за определенное время и проведение перегонки с заданной скоростью. Для регулирования нагрева можно применять чувствительный регулирующий клапан и регулятор газового давления.

**5.5.2** Электронагреватель (рисунок 2) с мощностью от 0 до 1000 Вт.

### 5.6 Подставка для колбы

**5.6.1** Тип 1 используется в аппаратах с газовой горелкой (рисунок 1). Может быть использована кольцевая подставка обычного лабораторного типа диаметром 100 мм или более, закрепленная на стойке внутри кожуха или на платформе, регулируемой с внешней стороны кожуха.

Две твердые прокладки, керамические или из другого жаропрочного материала, не содержащего асбест, толщиной от 3 до 4 мм помещают на кольцо или платформу. Прокладка, помещенная на подставку или платформу, имеет центральное отверстие диаметром от 76 до 100 мм и наружные линейные размеры несколько меньшие внутренних размеров кожуха.

Размеры верхней прокладки для колбы должны быть меньше размеров нижней прокладки, размеры центрального отверстия должны соответствовать указанным в таблице 2. Толщина по ободу центрального отверстия составляет от 3 до 4 мм. Эта прокладка может медленно перемещаться в соответствии с направлениями перемещений колбы для перегонки, теплообмен с колбой осуществ-

ляется только через это отверстие в прокладке. Расположение колбы достигается путем регулирования длины бокового отвода, вставленного в холодильник.

**5.6.2** Тип 2 используется в аппаратах с электронагревателем (рисунок 2). Подставка для колбы представляет собой платформу на верхней части электронагревателя, регулируемую с внешней стороны кожуха. На этой подставке помещают две твердые прокладки, описанные в 5.6.1. Верхняя прокладка должна плавно перемещаться по горизонтальной оси таким образом, чтобы теплообмен с колбой осуществлялся только через специальное отверстие в прокладке. Нагревательное устройство должно перемещаться вертикально для обеспечения контакта прокладки с дном колбы в процессе перегонки, удобной установки и снятия колбы с аппарата.

### 5.7 Мерные цилиндры

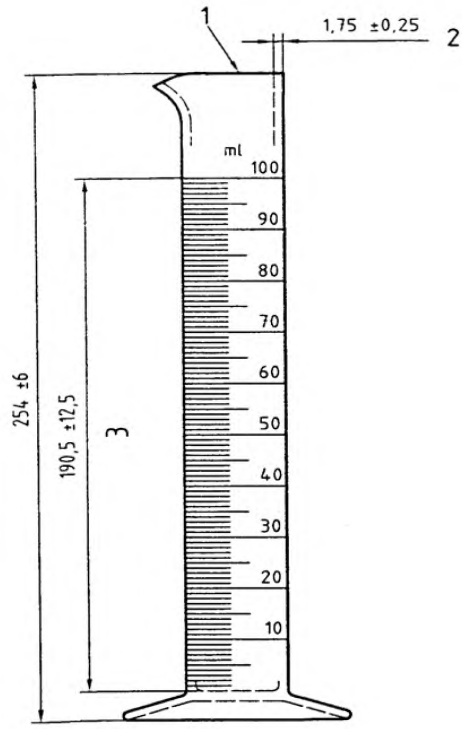
**5.7.1** Приемный цилиндр вместимостью 100 см$^3$ должен соответствовать требованиям ИСО 4788. Он должен иметь цену деления, равную 1 см$^3$, и отметку на уровне 100 см$^3$. Форма основания должна быть такой, чтобы обеспечивалась устойчивость пустого цилиндра, установленного на поверхности при угле наклона к горизонтальной линии 13°. Конструкция и допуски для мерного цилиндра приведены на рисунке 6.

Цилиндр, используемый для автоматического аппарата, должен соответствовать техническим требованиям, за исключением градуированной шкалы, которая на нем отсутствует, кроме одной метки на уровне 100 см$^3$. Мерные цилиндры, применяемые в автоматических установках, могут иметь металлическое основание.

**5.7.1.1** При необходимости мерный цилиндр погружают до отметки 100 см$^3$ в жидкость, содержащуюся в охлаждающей бане, например высокий химический сосуд из прозрачного стекла или пластмассы, или помещают в регулируемый термостат с циркуляцией воздуха.

**5.7.2** Цилиндр для сбора остатка вместимостью 5 см$^3$, соответствующий требованиям ИСО 4788.

Размеры в миллиметрах




1 – оплавленный край; 2 – толщина стенки; 3 – длина шкалы

Рисунок 6 – **Мерный цилиндр вместимостью 100 см$^3$ ± 1,0 см$^3$**

### 5.8 Средства измерения температуры

**5.8.1** Стеклянные ртутные термометры, наполненные азотом, с градуировкой на столбике, покрытые эмалью с обратной стороны и отвечающие требованиям, указанным в приложении А.

Предостережение – При определенных условиях испытания температура ртутного шарика может быть на 28 °С выше температуры, показываемой термометром, при температуре 371 °С температура ртутного шарика приближается к критической температуре стекла. Следовательно нежелательно применять термометр при температуре выше 371 °С без последующей проверки точки замерзания.

**5.8.2** Электронные приборы измерения температуры должны показывать те же самые запаздывания температуры, эффект ртутного столба и точность, что и эквивалентный стеклянный ртутный термометр.

**5.8.2.1** При моделировании задержки срабатывания стеклянного ртутного термометра необходимо учитывать схемы и/или алгоритмы, применяемые в электронных системах.

**5.8.2.2** В качестве альтернативы прибор контроля температуры помещают в кожух с закрытым наконечником таким образом, чтобы аппаратура вследствие ее отрегулированной теплопроводности и электропроводимости имела то же время запаздывания температуры, что и стеклянные ртутные термометры.

**5.8.2.3** В спорных случаях и если не указывается иное, контрольное испытание необходимо проводить с использованием стеклянных ртутных термометров.

**5.8.2.4** Определение времени задержки срабатывания стеклянных ртутных термометров по сравнению с электронными измерительными приборами приведено в приложении Б.

### 5.9 Устройство центрирования

Устройство контроля температуры вставляют через плотно пригнанное отверстие для исключения утечки паров устройства механического центрирования в горловину колбы для перегонки. Использование корковой или силиконовой пробки с отверстием в центре для этой цели не приемлемо. Образцы подходящих устройств центрирования приведены на рисунках 7 и 8.

Примечания

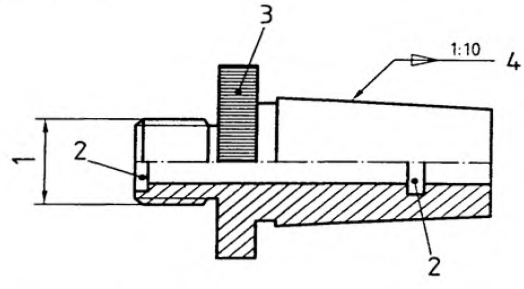
1 При проведении испытаний продуктов с низкой температурой начала кипения с помощью ручного метода показания термометра могут быть скрыты за устройством центрирования.

2 Кроме приведенных на рисунках 7 и 8 устройств, можно применять другие устройства центрирования, которые вставляются и удерживают прибор контроля температуры посередине горловины колбы для перегонки.

### 5.10 Барометр

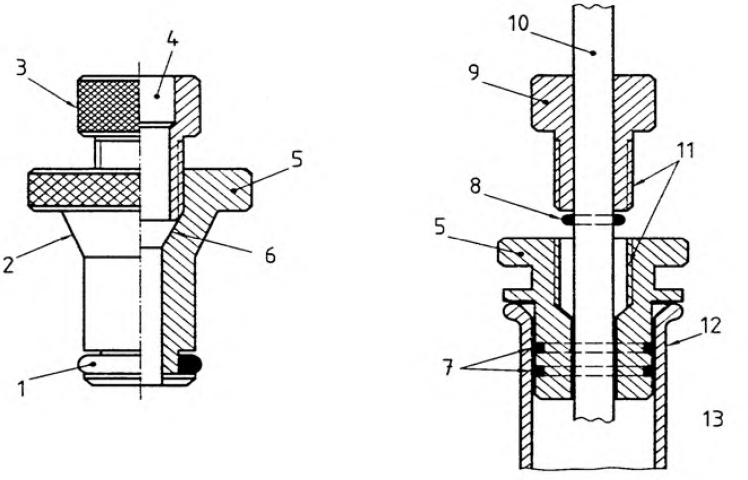
Барометр должен измерять атмосферное давление с точностью не ниже 0,1 кПа на том же уровне относительно уровня моря, на котором расположена аппаратура в лаборатории. Не считывают показания с анероидных барометров, которые корректируются заранее, чтобы показывать давление над уровнем моря.

Примечание – Барометр должен быть размещен в помещении, в котором проводится перегонка в соответствии с инструкцией по применению.




1 – гайка; 2 – кольцо круглого сечения; 3 – рифленая поверхность; 4 – конус NS 19/26

Рисунок 7 – **Устройство центрирования PTFE для соединения из матового стекла**




1 – уплотнительное кольцо круглого сечения (витоновый или перфторированный эластомер);
2 – конусообразная деталь для совершенного центрирования в горловине колбы для перегонки;
3 – гайка (фторопластовая); 4 – просверленное отверстие для крепления термопары Pt 100;
5 – фторопластовый корпус; 6 – уплотнение без уплотнительного кольца;
7 – двойные уплотнительные кольца (витоновый или перфторированный эластомер);
8 – уплотнительное кольцо; 9 – гайка; 10 – термометр; 11 – резьбы;
12 – горловина колбы для перегонки; 13 – внутренний диаметр горловины колбы

Рисунок 8 – **Конструкции устройств центрирования для прямой горловины**

## 6 Отбор проб

**6.1** Определяют группу продукта, предназначенного для отбора проб, согласно таблице 1, которая также содержит общее руководство по условиям отбора проб.

**6.2** Если не указывается иное, отбор проб должен проводиться в соответствии с процедурами, указанными в ИСО 3170 или ИСО 3171 с учетом специальных условий, изложенных в таблице 1. До начала проведения испытания пробы должны храниться при температурах, указанных в таблице 1, вдали от источников тепла, не подвергаясь воздействию солнечных лучей.

**6.2.1** Группа 0. Пробу отбирают в сосуд, предварительно охлажденную до температуры ниже 5 °С. Чистый сосуд, если это возможно, погружают в жидкость и выливают первую набранную порцию. Если погружение склянки невозможно, пробу отбирают в предварительно охлажденный сосуд таким образом, чтобы свести к минимуму перемешивание. Немедленно закрывают сосуд плотно прилегающей пробкой, помещают ее в ледяную баню или холодильник и хранят до начала испытания при температуре более низкой, чем указанная выше.

**6.2.2** Группы 1 и 2. Отбирают пробу в сосуд, предварительно охлажденный до температуры ниже 10 °С. Пробу в сосуд отбирают в соответствии с 6.2.1. До начала испытания пробу хранят при температуре не выше 10 °С. Если хранение пробы при такой температуре невозможно или не практикуется, то возможно хранение при температуре до 20 °С, при условии охлаждения пробы до температуры ниже 10 °С перед тем, как открыть сосуд.

**6.2.3** Группы 3 и 4. Пробу хранят при температуре окружающей среды. Если проба не находится в жидком состоянии при температуре окружающей среды, то ее необходимо хранить при температуре на 9 °С – 21 °С выше температуры застывания (потери текучести). Перед отбором проб продукт энергично встряхивают для обеспечения однородности и не принимают во внимание диапазон температур, указанный в таблице 2 для приемного цилиндра. До проведения испытания приемный цилиндр нагревают приблизительно до температуры пробы и наливают нагретую часть пробы точно до отметки 100 $см^3$. Переносят по возможности быстрее и полностью пробу в колбу для перегонки.

Предостережение – Герметично заполненный холодный сосуд может треснуть при быстром нагревании.

Таблица 1 – **Группы нефтепродуктов и условия отбора проб**

| Номер группы | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|---|---|
| Тип пробы | Бензин | Бензин | Бензин | Авиационное топливо с широкими пределами кипения | Керосин/ газойль |
| Давление паров по Рейду, кПа | | ≥ 65,5 | < 65,5 | < 65,5 | < 65,5 |
| Перегонка | | | | | |
| Температура начала кипения, (IBP), °C | – | – | – | ≤ 100 | > 100 |
| Температура выкипания, (FBP), °C | – | ≤ 250 | ≤ 250 | > 250 | > 250 |
| Температура колбы для проб, °C | < 5 | < 10 | – | – | – |
| Температура пробы при отборе проб, ° C | ≤ 5 | ≤ 10 | ≤ 10 | Температура окружающей среды[1] | Температура окружающей среды[1] |
| Температура пробы при хранении, ° C | < 5 | < 20 | < 20 | Температура окружающей среды[1] | Температура окружающей среды[1] |
| Если проба содержит воду | Взять пробу повторно или осушить согласно 6.3.1 | Взять пробу повторно или осушить согласно 6.3.1 | Взять пробу повторно или осушить согласно 6.3.1 | Осушить согласно 6.3.2 | Осушить согласно 6.3.2 |

[1] Пробы должны всегда храниться на 9 – 21 °C выше температуры их застывания, если они не находятся в жидком состоянии при температуре окружающей среды.

**6.3** Пробы продуктов, в которых явно присутствует вода, для испытаний не пригодны.

**6.3.1 Группы 0, 1 и 2**

Если проба содержит воду, то для испытания берут другую пробу, которая не содержит взвешенной воды. Если такую пробу нельзя отобрать, добавляют достаточное количество безводного сульфата натрия или другого соответствующего осушителя к пробе, которая хранилась при температуре от 0 до 10 °C, и встряхивают. При отсутствии в пробе видимых признаков воды после отстаивания пробу отделяют от осушителя и используют для испытаний. Записывают, что проба была осушена влагопоглотителем.

Примечание – Статистически установлено, что удаление взвешенной воды из проб групп 1 и 2 вышеизложенной процедурой не влияет на результаты испытаний.

**6.3.2 Группы 3 и 4**

В случаях, когда проба содержит свободную воду, взвешенную воду удаляют путем встряхивания пробы вместе с безводным сульфатом натрия или другим соответствующим осушителем, и отделяют ее от осушителя путем декантации.

## 7 Подготовка аппаратуры

**7.1** В соответствии с таблицей 2 подготовка аппаратуры заключается в выборе соответствующей колбы для перегонки, средств измерения температуры и подставки под колбу для указанной группы. Если требуется нагревание газовой горелкой, то используют подставку под колбу типа 1 (5.6.1); если

применяется электрический нагрев, используют подставку типа 2 (5.6.2). Температуру мерного цилиндра, колбы, прибора контроля температуры и охлаждающей бани доводят до указанной температуры.

**7.2** Обеспечивают все необходимые условия, при которых температура охлаждающей бани и мерного цилиндра поддерживалась бы на заданном уровне. Мерный цилиндр помещают в бане таким образом, чтобы уровень жидкости был по меньшей мере на отметке 100 $см^3$ или мерный цилиндр был полностью помещен в камеру, в которой циркулирует воздух.

**7.2.1** Группы 0, 1, 2 и 3. Охлаждающую баню холодильника заполняют колотым льдом, водой, охлажденным раствором соли и охлажденным этиленгликолем.

**7.2.2** Группа 4. Рабочей средой для бани, имеющей температуру окружающей среды или выше, является холодная вода, горячая вода и нагретый этиленгликоль.

**7.3** Остатки жидкости из трубки холодильника удаляют, протирая ее куском мягкой ткани без ворса, прикрепленной к жгуту или проволоке.

**7.4** Температуру проб, отнесенных к группам 0, 1, 2 и 3, доводят до температуры, указанной в таблице 2, в колбе, в горловине которой закреплен с помощью плотно прилегающей пробки или силиконовой заглушки прибор контроля температуры.

Таблица 2 – **Подготовка аппаратуры**

| Номер группы | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|---|---|
| Средства измерения температуры (см. 5.8) | Низкотемпературный | Низкотемпературный | Низкотемпературный | Низкотемпературный | Высокотемпературный |
| Диаметр отверстия в подставке для колбы, мм | 32 | 38 | 38 | 50 | 50 |
| Температура на момент начала испытания, °С: | | | | | |
| – колбы и термометра | 0 – 5 | 13 – 18 | 13 – 18 | 13 – 18 | ≤ температуры окружающей среды |
| – подставки под колбу и кожух | ≤ температуры окружающей среды | ≤ температуры окружающей среды | ≤ температуры окружающей среды | ≤ температуры окружающей среды | – |
| – мерного цилиндра со 100 $см^3$ пробы | 0 – 5 | 13 – 18 | 13 – 18 | 13 – 18 | От 13 до температуры окружающей среды |
| Вместимость колбы, $см^3$ (см. 5.2) | 100 | 125 | 125 | 125 | 125 |

**7.5** При достижении температуры отмеряют 100 $см^3$ испытуемой пробы мерным цилиндром и переносят по возможности полностью в колбу для перегонки, соблюдая меры предосторожности так, чтобы ни одна капля жидкости не попала в пароотводную трубку.

Примечание – Испарение продукта во время переноса вызовет потери. Любой продукт, остающийся в мерном цилиндре, будет способствовать увеличению объема отгона на момент начала кипения.

Если предполагается бурное кипение, в испытуемую пробу помещают небольшой объем чистых и сухих центров кипения.

Примечание – Несмотря на то, что отложения на центрах кипения – это часть остатка, их объем незначителен и им можно пренебречь.

**7.6** Термометр вставляют через устройство центрирования (5.9). При использовании стеклянного ртутного термометра его помещают так, чтобы ртутный шарик располагался по центру горловины колбы и нижний конец капилляра находился на одном уровне с самой высокой точкой нижней внутренней стенки пароотводной трубки (рисунок 9). При использовании термоэлемента (резистивного термометра) в соответствии с инструкциями изготовителя его помещают так, чтобы его чувствительная часть располагалась ниже уровня пароотводной трубки колбы.

Для облегчения разборки устройства по окончании испытания небольшое количество вакуумной консистентной смазки наносят на сопряженные поверхности фторопластового устройства центрирования.

**7.7** Пароотводную трубку колбы, оснащенную круглой пробкой, плотно соединяют с трубкой холодильника. Закрепляют колбу в вертикальном положении так, чтобы пароотводная трубка входила в трубку холодильника на расстояние от 25 до 50 мм. Поднимают и регулируют подставку колбы для того, чтобы плотно закрепить дно колбы.

**7.8** Мерный цилиндр, которым отмеряли пробу для испытания, помещают, не высушивая, в охлаждающую баню под нижний конец трубки холодильника с таким расчетом, чтобы конец трубки холодильника находился в центре мерного цилиндра и входил в него на расстояние не менее 25 мм, но не ниже отметки 100 $см^3$. При перегонке ручным методом цилиндр плотно закрывают куском фильтровальной бумаги или другого аналогичного материала, подогнанного так, чтобы он плотно прилегал к трубке холодильника.

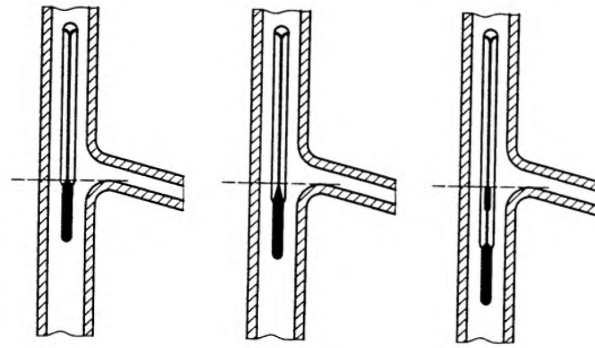


Рисунок 9 – **Установка термометра в колбе для перегонки**

**7.9** Записывают комнатную температуру и барометрическое давление и проводят перегонку в соответствии с разделом 9.

## 8 Поверка приборов

### 8.1 Самописец (механизм, следящий за уровнем)

Для автоматического оборудования самописец аппарата должен иметь цену деления 0,1 мл с максимальной погрешностью 0,3 мл между отметками 5 и 100 мл. Калибровку аппарата следует проводить в соответствии с инструкциями изготовителя не реже одного раза в полгода.

Примечание – Типовая процедура поверки включает поверку вместимости приемника, вмещающего соответственно 5 и 100 мл продукта.

### 8.2 Электронные устройства для измерения температуры

Устройства, измеряющие температуру, отличные от стеклянных ртутных термометров, должны показывать то же самое запаздывание температуры, эффект ртутного столбика и точность, что и эквивалентные ртутные термометры. Поверка этих устройств должна проводиться не реже одного раза в полгода. Электронная схема для резистивных термометров должна поверяться в соответствии со стандартным прецизионным сопротивлением. При проведении поверки не должны использоваться те алгоритмы, которые применяются для корректировки температуры при запаздывании и эффекте ртутного столба (см. инструкции изготовителя). Также следует проверять срабатывание самой системы измерения температуры, применяя одну из процедур, описанных в 8.2.1 или 8.2.2.

**8.2.1** Перегоняют реагент (чистый толуол) в соответствии с ИСО 918 и сравнивают температуру отгона 50 % (*V*/*V*) объема при перегонке с температурой, которую показывает упомянутый выше стеклянный ртутный термометр при проведении испытания ручным методом при тех же самых условиях. Используют реагент (чистый толуол) в данном испытании до тех пор, пока не удостоверятся, что предложенный реагент обладает достаточной чистотой для того, чтобы разрешить его применение без понижения точности определения.

Примечание – В настоящем стандарте термин «% (*V*/*V*)» применяется для выражения объема фракции продукта.

Толуол используется в качестве жидкости для поверки при отклонениях; он не дает никакой информации о том, насколько хорошо электронная система измерения температуры воспроизводит запаздывание температуры стеклянного ртутного термометра. В приложении Б описан метод определения разницы во времени запаздывания.

Примечание – В справочниках указывается, что толуол кипит при температуре 110,6 °С при условиях, установленных ИСО 918, когда термометр частично погружают в жидкость. Так как в настоящем стандарте используются термометры, откалиброванные для полного погружения, результаты будут ниже и для каждого различные. Приблизительные значения 109,3 °С – для низкотемпературных термометров и 109,9 °С – для высокотемпературных термометров.

**8.2.2** Ручным методом перегоняют сертифицированное эталонное топливо специальной группы продуктов при условиях, указываемых в настоящем стандарте, используя соответствующий ртутный термометр после применения устройства или системы измерения температуры. Систематические отклонения от диапазона измеренных температур записывают для того, чтобы убедиться, что при повторном испытании отклонений не происходит и что алгебраическая сумма отклонений близка к нулю.

Примечание – Сертифицированные эталонные топлива, состоящие из определенных смесей отдельных компонентов, подходят для продуктов групп 1 и 4.

## 9 Проведение испытания

**9.1** Нагревают колбу для перегонки (5.2) с содержимым, конец холодильника (5.3) не должен касаться стенки мерного цилиндра (5.7.1). Регулируют источник нагрева (5.5) так, чтобы период времени между началом нагрева и температурой начала кипения соответствовал таблице 3.

**9.2** Наблюдают и записывают температуру начала кипения с точностью до 0,5 °С или 0,1 °С, в зависимости от используемой аппаратуры. Если дефлектор приемника не применяется, немедленно передвигают мерный цилиндр таким образом, чтобы кончик холодильника касался внутренней стенки.

Таблица 3 – **Условия проведения испытания**

| Номер группы | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|---|---|
| Температура охлаждающей бани, °С | 0 – 1 | 0 – 1 | 0 – 4 | 0 – 4 | 0 – 60 |
| Температура среды вокруг приемника, °С | 0 – 4 | 13 – 18 | 13 – 18 | 13 – 18 | ± 3 к температуре при заполнении |
| Время от начала нагрева до температуры начала кипения (*IBP*), мин | 2 – 5 | 5 – 10 | 5 – 10 | 5 – 10 | 5 – 15 |
| Время от *IBP* до: | | | | | |
| 5 % (*V*/*V*) отгона, с | – | 60 – 100 | 60 – 100 | – | – |
| 10 % (*V*/*V*) отгона, с | 180 – 240 | – | – | – | – |
| Постоянная средняя скорость перегонки от 5 % отгона до получения 5 мл остатка в колбе, мл/мин | 4 – 5 | 4 – 5 | 4 – 5 | 4 – 5 | 4 – 5 |
| Время от получения 5 мл остатка в колбе до температуры выкипания (*FBP*), мин | ≤ 5 | ≤ 5 | ≤ 5 | ≤ 5 | ≤ 5 |

**9.3** Регулируют нагрев так, чтобы время от температуры начала кипения до перегонки 5 % (*V*/*V*) или 10 % (*V*/*V*) было таким, как указано в таблице 3.

**9.4** Продолжают регулировать нагрев таким образом, чтобы постоянная средняя скорость перегонки от 5 % (*V*/*V*) отгона до появления 5 мл остатка в колбе была от 4 до 5 мл/мин.

Примечания

1 В зависимости от исполнения колбы для перегонки и условий испытания пар и жидкость (5.8) не находятся в термодинамическом равновесии. Поэтому скорость перегонки будет влиять на измеренную температуру пара и таким образом ее принимают постоянной на протяжении всего испытания.

2 При испытании материалов, относящихся к группе 0, 1 или 2, конденсат может образовывать несмешиваемые фракции и пузырьки над термометром и в горловине колбы для перегонки при температуре образования паров приблизительно 160 °С. Это сопровождается резким падением (приблизительно 3 °С) температуры паров и снижением скорости перегонки. Это явление может длиться в течение от 10 до 20 с до тех пор, пока температура не восстановится и конденсат не начнет стекать снова. Эта температура может считаться температурой приостановки.

**9.5** Повторяют перегонку нефтепродукта, если она не соответствует условиям, описанным в 9.1 – 9.4.

**9.6** При наблюдаемом разложении продукта нагревание прекращают и продолжают испытание в соответствии с 9.10.

**9.7** При испытании от температуры начала кипения и до температуры конца перегонки отмечают и записывают данные, необходимые для расчета и оформления результатов испытания в соответствии с применяемыми требованиями или требованиями, определенными для испытуемого продукта.

Примечание – Эти данные могут содержать показания термометра при установленном проценте отгона или отгон в процентах при определенных показаниях термометра.

Записывают все объемы продукта в мерном цилиндре с точностью 0,5 мл или 0,1 мл и все показания термометра с точностью до 0,5 °С или 0,1 °С в зависимости от используемой аппаратуры.

**9.7.1** Группа 0. В тех случаях, когда не устанавливаются специальные требования, записывают температуру начала кипения, температуру выкипания и показания термометра при увеличении объема отгона на каждые 10 % (от 10 % до 90 % включительно).

**9.7.2** Группы 1, 2, 3 и 4. В тех случаях, когда не устанавливаются специальные требования, записывают температуру начала кипения, температуру выкипания или температуру конца кипения, или оба показания термометра, показания термометра при 5 %, 15 %, 85 % и 95 % объема отгона и через каждые 10 % увеличения объема отгона от 10 до 90 % включительно.

**9.7.2.1** Группа 4. При использовании высокотемпературных термометров для испытания керосина необходимые показания термометра могут закрываться центровочным устройством. В случае необходимости перегонку проводят повторно в соответствии с требованиями для группы 3. В этих случаях показания низкотемпературного термометра записывают вместо скрытых показаний высокотемпературных термометров, о чем следует указывать в протоколе. Если по соглашению сторон эти данные не записывают, это должно быть указано в протоколе испытания в соответствии с разделом 13, перечисление г).

**9.7.2.2** Если необходимо записать показания термометра при определенном проценте выпаривания или отгона для пробы, имеющей резкоизменяющийся уклон кривой перегонки в области показания определенного процента выпаривания и отгона, записывают показания термометра для каждого 1 % (*V*/*V*) отгона. Кривая считается резкоизменяющейся, если изменение уклона *C*, рассчитанное по формуле (1), в области температур, указанных в 9.7.2, больше чем 0,6.

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

где $T_1$ – показание термометра при проценте объема, зафиксированном за одно показание до данного показания, °С;

$T_2$ – показание термометра при фиксировании данного процента объема, °С;

$T_3$ – показание термометра при проценте объема, зафиксированного после данного показания, °С;

$V_1$ – процент объема, зафиксированный за одно показание до данного показания;

$V_2$ – процент объема, зафиксированный при данном показании;

$V_3$ – процент объема, зафиксированный после данного показания.

**9.8** При содержании в колбе 5 мл жидкого остатка следует отрегулировать последний раз нагрев. Для того чтобы определить, что в колбе осталось примерно 5 мл жидкого остатка, вычитают рассчитанные потери от 93,5 мл, для того чтобы вычислить объем, находящийся в приемнике в данный момент времени. Время, прошедшее от фиксирования 5 мл остатка жидкости в колбе для перегонки, до температуры выкипания, должно быть в пределах, указанных в таблице 3. Если это условие не выполнено, то испытание повторяют, изменяя условия последнего регулирования нагрева.

Если фактические потери отличаются более чем на 2 мл от вычисленного значения, испытание повторяют.

Примечание – Так как количество кипящего остатка в колбе определить очень трудно, его рассчитывают из объема отгона в мерном цилиндре на этот момент. Определено, что динамическая задержка равняется приблизительно 1,5 мл в этой точке, и, таким образом, предполагают, что объем, равный 5 мл в колбе для перегонки без учета потерь, соответствует объему 93,5 мл в приемном цилиндре.

**9.9** При необходимости отмечают и записывают температуру конца кипения или температуру выкипания, или обе температуры и прекращают нагревание.

**9.10** Если испытание проводится на аппаратуре ручным методом, в то время как жидкость из трубки холодильника продолжает поступать в мерный цилиндр, наблюдают и записывают объем конденсата с точностью до 0,5 мл с интервалом в 2 мин до тех пор, пока два последовательных измерения не дадут одинаковых результатов. При использовании автоматической аппаратуры прибор должен постоянно отмечать объем отгона до тех пор, пока он изменится в течение 2 мин не более чем на 0,1 мл. Измеряют этот объем и записывают его с точностью до 0,5 мл или 0,1 мл в зависимости от используемой аппаратуры как объем отгона продукта в процентах. Если перегонку прекратили раньше по причине разложения продукта, от 100 вычитают процент отгона продукта, эту разницу записывают как остаток и потери и не проводят процедуру, указанную в 9.11.

**9.11** После прекращения испарений и охлаждения колбы для перегонки колбу отсоединяют от холодильника и ее содержимое выливают в мерный цилиндр вместимостью 5 мл (5.7.2) и, расположив колбу над этим цилиндром, дают стечь ее содержимому до тех пор, пока не будет наблюдаться значительное увеличение объема жидкости в мерном цилиндре вместимостью 5 мл. Измеряют и записывают объем жидкости в мерном цилиндре с точностью до 0,1 мл как процент остатка продукта.

Примечание – Если для кипения добавлялись центры кипения, следует исключить их попадание в этот объем.

**9.11.1** Если в мерном цилиндре вместимостью 5 мл нет делений шкалы ниже уровня 1 мл и объем жидкости менее чем 1 мл, предварительно наполняют цилиндр тяжелой нефтью в количестве 1 мл для получения точного объема остатка.

**9.11.2** Для проб группы 0 мерный цилиндр вместимостью 5 мл охлаждают до температуры от 0 до 5 °С. Записывают объем продукта в мерном цилиндре с точностью до 0,1 мл как процент остатка.

**9.11.3** Для проб групп 1 – 4 записывают объем продукта в мерном цилиндре вместимостью 5 мл с точностью до 0,1 мл как процент остатка.

**9.11.4** Для проб группы 4 осматривают трубку холодильника и пароотводную трубку колбы для перегонки на наличие воска или твердых остатков. В случае их обнаружения повторяют испытание, регулируя повышение температуры бани холодильника в диапазоне, указанном в таблице 3.

**9.12** Если требуется определить только процент выпаривания или отгона при заранее определенном скорректированном показании термометра, процедуру следует изменять в соответствии с приложением Б.

## 10 Расчет

**10.1** Общий восстановленный отгон продукта в процентах – это сумма отгона (9.10) и остатка в процентах (9.11). Для получения потерь в процентах от 100 вычитают общий восстановленный отгон в процентах.

**10.2** Показание термометра корректируют на барометрическое давление 101,3 кПа. Применяют поправку $T_c$ к каждому показанию термометра по формуле Сиднея-Янга или по таблице 4.

$$T_c = 0{,}0009\,(101{,}3 - p_k)(273 + t), \qquad (2)$$

где $p_k$ – барометрическое давление, наблюдаемое во время испытания, кПа;

$t$ – отмеченное показание термометра, °С.

Примечания

1 Поправку прибавляют к наблюдаемому показанию термометра, если барометрическое давление ниже чем 101,3 кПа, и вычитают, если барометрическое давление выше чем 101,3 кПа.

2 Для обеспечения точности наблюдаемые значения барометрического давления следует корректировать на температуру и стандартную гравитацию для уравнивания изменений в гравитации земли в зависимости от широты. Эти изменения невелики и их результатом явилась бы поправка, равная менее чем 0,2 °С в точке кипения в самом исключительном случае. Эта поправка не вносится, если это специально не требуется.

3 Показания термометра не корректируются на барометрическое давление 101,3 кПа, если в технических условиях или соглашении между заинтересованными сторонами специально установлено, что такая поправка не требуется или что поправка должна быть учтена на другое давление.

Таблица 4 – **Приближенные скорректированные показания термометра**

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

После внесения поправок и округления каждого результата с точностью до 0,5 °С или 0,1 °С в зависимости от используемой аппаратуры во всех дальнейших расчетах и записи результатов следует использовать скорректированные показания термометра.

**10.3** Корректируют фактические потери на барометрическое давление 101,3 кПа, если показания термометра корректируются на барометрическое давление 101,3 кПа. Вычисляют скорректированные потери $L_c$ в процентах по формуле

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

где $L$ – потери, рассчитанные, используя данные испытания, %;

$p$ – наблюдаемое барометрическое давление, кПа.

Примечание – Формула (3) была выведена из экспериментальных данных, на которые даны ссылки в ASTM D-86-96 и в более поздних редакциях.

**10.4** Вычисляют соответствующий скорректированный объем отгона $R_c$ в процентах по формуле

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

где $R$ – объем полученного отгона, %;

$L$ – наблюдаемые потери, %;

$L_c$ – скорректированные потери, %.

**10.5** Для записи результатов испытания по проценту выпаривания при определенных показаниях термометра к каждому объему отгона продукта в процентах при соответствующем показании термометра прибавляют потери в процентах и рассчитывают эти результаты по формуле

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

где $P_e$ – выпаривание, %;

$P_r$ – объем отгона, %;

$L$ – потери, %.

**10.6** При записи результатов испытания по показаниям термометра при указанном проценте выпаривания применяют один из методов, приведенных в 10.6.1 либо 10.6.2, и указывают в протоколе испытаний, какой из двух методов (графический или арифметический) был использован.

### 10.6.1 Арифметический метод

Для получения соответствующего процента отгона вычитают потери при перегонке из каждого установленного процента выпаривания. Каждое требуемое показание термометра $T$, °С, рассчитывают по формуле

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

где $R$ – отгон, соответствующий определенному проценту выпаривания, %;

$R_h$ – отгон, близкий и более $R$, %;

$R_l$ – отгон, близкий и менее $R$, %;

$T_h$ – показание термометра, соответствующее отгону $R_h$, °С;

$T_l$ – показание термометра, соответствующее отгону $R_l$, °С.

### 10.6.2 Графический метод

При построении графика на миллиметровой бумаге по оси ординат наносят показания термометра (10.2) с поправкой на барометрическое давление, если это необходимо, а по оси абсцисс – соответствующий процент отгона. Наносят температуру начала кипения при 0 % отгона. Строят кривую, соединяющие эти точки. Из каждого установленного процента выпаривания вычитают потери при перегонке с целью вычисления соответствующего процента отгона и определяют по графику показания термометра, соответствующие этому проценту отгона. Значения, полученные методом графической интерполяции, зависят от точности построения кривых.

Примечание – Примеры, иллюстрирующие арифметический метод, приведены в приложении С.

### 10.6.3 Автоматизированный метод

Перегонки, выполненные с помощью автоматических приборов, которые регистрируют данные о температуре и объеме и сохраняют их в памяти, не требуют использования методов, приведенных в 10.6.1 и 10.6.2. Получают температуру непосредственно из базы данных, соответствующую заданному проценту выпаривания с приближением 0,1 % (*V*/*V*).

## 11 Обработка результатов

**11.1** В протоколе испытаний указывают использованный метод отбора проб.

**11.2** Записывают все процентные отношения объемов с точностью до 0,5 % (*V*/*V*) или 0,1 % (*V*/*V*) и все показания термометра с точностью 0,5 °С или 0,1 °С, в зависимости от используемой аппаратуры. Значения 0,5 % (*V*/*V*) и 0,5 °С применяются к ручному методу, а значения 0,1 % (*V*/*V*) и 0,1 °С – к автоматическому методу.

**11.3** В протоколе испытаний указывают какой метод был применен.

**11.4** Если не требуется иное (см. примечания 10.2), в протоколе испытаний записывают температуру, скорректированную на барометрическое давление 101,3 кПа. Если давление корректировалось, полученное значение округляют в соответствии с 11.2 и записывают вместе с показанием лабораторного барометра. В этих случаях также указывают остаток и потери как «наблюдаемые».

**11.5** Для групп 0 и 1 или какого-либо другого продукта с потерями, превышающими 2,0 % (*V*/*V*), в протоколе испытаний указывают взаимосвязь между показаниями термометра и процентом выпаривания. Для групп 2 – 4 в протоколе испытаний указывают взаимосвязь между показаниями термометра и процентом отгона. Четко идентифицируют, какая взаимосвязь была использована.

**11.6** В протоколе испытаний для проб групп 0 – 2 отмечают «обезвоженные», если выполнялся метод по обезвоживанию, описанный в 6.3.1.

**11.7** Указывают о замене низкотемпературного термометра на высокотемпературный термометр в случае использования условий, описанных в 9.7.2.1.

## 12 Точность метода

### 12.1 Общие положения

Точность метода, определенная статистическим исследованием межлабораторных результатов испытания в соответствии с ИСО 4259, определялась для бензинов, керосинов и газойлей с использованием ручного и автоматического методов и приводится в 12.2 и 12.3, а показатели точности приведены в таблицах 6 – 8. Данные отклонения метода приведены в 12.4.

**12.1.1** Для определения точности результатов, кроме температуры начала кипения (*IBP*) и температуры выкипания (*FBP*), обычно следует определять скорость изменения температуры в конкретной точке. Эта переменная $\Delta C/\Delta V$ характеризуется изменением температуры на каждый процент отгона или выпаривания и вычисляется по формуле

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

где $T_U$ – верхняя температура, °С;
$T_L$ – нижняя температура, °С;
$V_U$ – процент отгона или выпаривания, соответствующий $T_U$;
$V_L$ – процент отгона или выпаривания, соответствующий $T_L$.

В таблице 5 приведены результаты обработки данных, применяемые для определения уклона кривой перегонки при указанных процентах отгона или выпаривания. Для проб, относящихся к группе 1, данные точности метода, вносимые в протокол испытаний, основываются на величинах уклона, рассчитанных с использованием данных процента выпаривания, а для проб групп 2 – 4 данные точности метода, вносимые в протокол, основываются на величинах уклона, рассчитанных с использованием данных процента отгона.

В том случае, если температура конца кипения ниже точки 95 % (*V*/*V*) выпаривания или отгона, уклон при температуре выкипания рассчитывают по формуле

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

где *FBP* – температура выкипания;
*H* – наибольшее показание объема с точностью до 5 % (*V*/*V*), предшествующее температуре выкипания.

Таблица 5 – **Результаты обработки данных для определения уклона**

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

### 12.2 Сходимость

**12.2.1** Группа 0. Тщательно и внимательно следует относиться ко всем деталям, а повторные результаты, касающиеся температуры выкипания, не должны отличаться друг от друга более чем на 3,5 °С в одном случае из 20. Разница между двумя показаниями термометра для каждого указанного процента выпаривания не должна превышать объемы, равные 2 мл отгона в каждом рассматриваемом случае (приложение В).

**12.2.2** Группа 1. Разность между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же исполнителем на одном и том же оборудовании при постоянных условиях испытания на идентичном испытуемом продукте в течение продолжительного периода работы и при правильном применении метода испытания, может превышать значения, указанные в таблице 6, только в одном случае из 20.

**12.2.3** Группы 2, 3 и 4. Разность между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же исполнителем на одном и том же оборудовании при постоянных условиях испытания на идентичном испытуемом продукте в течение продолжительного периода работы и при правильном применении метода испытания, может превышать значения, указанные в таблице 7 (ручной метод) или таблице 8 (автоматический метод), только в одном случае из 20.

### 12.3 Воспроизводимость

**12.3.1** Группа 0. Воспроизводимость метода испытания для этой группы не определялась.

**12.3.2** Группа 1. Разность между двумя отдельными и независимыми результатами испытания, полученными различными исполнителями в различных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение продолжительного периода работы и при правильном применении метода испытания, может превышать значения, указанные в таблице 6, только в одном случае из 20.

**12.3.3** Группы 2, 3 и 4. Разность между двумя отдельными и независимыми результатами испытания, полученными различными исполнителями в различных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение продолжительного периода работы и при правильном применении метода испытания, может превышать значения, указанные в таблице 7 (ручной метод) или таблице 8 (автоматический метод), только в одном случае из 20.

Таблица 6 – **Точность для группы 1**

| Процент выпаривания, % (*V/V*) | Сходимость | | Воспроизводимость | |
|---|---|---|---|---|
| | Ручной | Автоматический | Ручной | Автоматический |
| *IBP* | 3.3 | 3.9 | 5.6 | 7.2 |
| 5 | $r_1 + 0{,}66$ | $r_2 + 1{,}0$ | $R_1 + 1{,}11$ | $R_2 + 1{,}78$ |
| 10 | $r_1$ | $r_2 + 0{,}56$ | $R_1$ | $R_2 + 0{,}72$ |
| 20 | $r_1$ | $r_2$ | $R_1$ | $R_2 + 0{,}72$ |
| 30 – 70 | $r_1$ | $r_2$ | $R_1$ | $R_2$ |
| 80 | $r_1$ | $r_2$ | $R_1$ | $R_2 - 0{,}94$ |
| 90 | $r_1$ | $r_2$ | $R_1 + 1{,}22$ | $R_2 - 1{,}9$ |
| 95 | $r_1$ | $r_2 + 1{,}4$ | $R_1 + 0{,}94$ | $R_2$ |
| *FBP* | 3.9 | 4,4 | 7,2 | 8,9 |

Примечание – $r_1$, $r_2$, $R_1$ и $R_2$ – это переменные, каждая из которых является постоянной функции уклона $\Delta C/\Delta V$ при каждой рассматриваемой температуре перегонки. Величины этих переменных вычисляются из следующих формул:

$r_1 = 0{,}864\ (\Delta C/\Delta V) + 1{,}214$ (9); $r_2 = 0{,}673\ (\Delta C/\Delta V) + 1{,}131$ (11);

$R_1 = 1{,}736\ (\Delta C/\Delta V) + 1{,}994$ (10); $R_2 = 1{,}998\ (\Delta C/\Delta V) + 2{,}617$ (12).

Таблица 7 – **Точность для групп 2, 3 и 4 (ручной метод)**

| Процент отгона, % (*V/V*) | Сходимость, °C | Воспроизводимость, °C |
|---|---|---|
| *IBP* | 0,35 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,0 | 0,93 ($\Delta C/\Delta V$) + 2,8 |
| 5 – 95 | 0,41 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,0 | 1,33 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,8 |
| *FBP* | 0,36 ($\Delta C/\Delta V$) + 0,7 | 0,42 ($\Delta C/\Delta V$) + 3,1 |
| % (*V/V*) при *T* °C | 1,00 ($\Delta C/\Delta V$) + 0,5 | 1,89 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,3 |

Примечание – Данная таблица составлена на основе номограммы, содержащей показатели точности метода во всех предыдущих редакциях настоящего стандарта и стандартов, опубликованных другими организациями.

Таблица 8 – **Точность для групп 2, 3 и 4 (автоматический метод)**

| Процент отгона, % (*V/V*) | Сходимость, °C | Воспроизводимость, °C |
|---|---|---|
| *IBP* | 3,5 | 8,5 |
| 2 | 3,5 | 1,92 ($\Delta C/\Delta V$) +2,6 |
| 5 | 1,08 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,1 | 2,53 ($\Delta C/\Delta V$) + 2,0 |
| 10 | 1,42 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,2 | 2,64 ($\Delta C/\Delta V$) + 3,0 |
| 20 – 70 | 1,42 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,2 | 3,97 ($\Delta C/\Delta V$) + 2,9 |
| 80 | 1,42 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,2 | 2,64 ($\Delta C/\Delta V$) + 3,0 |
| 90 – 95 | 1,08 ($\Delta C/\Delta V$) + 1,1 | 2,53 ($\Delta C/\Delta V$) + 2,0 |
| *FBP* | 3,5 | 10,5 |

### 12.4 Отклонение (систематические погрешности)

#### 12.4.1 Абсолютная систематическая погрешность

Вследствие использования полностью погружаемых в жидкость стеклянных ртутных термометров или электронных устройств, измеряющих температуру, значения температуры перегонки, указанные в настоящем стандарте, чуть ниже реальных температур. Значение абсолютного отклонения зависит от перегоняемого продукта, фактической температуры и используемого термометра.

#### 12.4.2 Относительная систематическая погрешность

Между эмпирическими результатами значений перегонки, указанными в настоящем стандарте, и теми результатами, которые указываются в других стандартах, в которых результаты приводятся более приближенными к реальной точке температуры кипения, существует отклонение. Величина такого отклонения определена не была.

#### 12.4.3 Внутренняя систематическая погрешность

Для групп 1 – 4 отклонение между ручной и автоматической аппаратурой приведено в приложении В.

## 13 Протокол испытаний

В протоколе испытания должна содержаться следующая информация:
а) ссылка на настоящий стандарт;
б) группа и полная идентификация испытуемого продукта;
в) результат испытания (раздел 11);
г) любое отклонение от установленной процедуры;
д) дата проведения испытания.

## Приложение А
(обязательное)

## Технические характеристики термометров

В таблице А.1 даны технические характеристики для стеклянных ртутных термометров, приведенных в 5.8.1 настоящего стандарта.

Таблица А.1 – **Технические характеристики термометров**

| | Низкотемпературные термометры | Высокотемпературные термометры |
|---|---|---|
| Диапазон, °С | От минус 2 до плюс 300 | От минус 2 до плюс 400 |
| Цена деления шкалы, °С | 1 | 1 |
| Глубина погружения, мм | Полное | Полное |
| Общая полная длина, мм | 381 – 391 | 381 – 391 |
| Диаметр столбика, мм | 6 – 7 | 6 – 7 |
| Форма резервуара (ртутного шарика) | Цилиндрическая | Цилиндрическая |
| Длина резервуара, мм | 10 – 15 | 10 – 15 |
| Диаметр резервуара, мм | 5 – 6 | 5 – 6 |
| Расстояние от дна резервуара до<br>– отметки 0 °С, мм<br>– отметки 300 °С, мм<br>– отметки 400 °С, мм | <br>100 – 110<br>333 – 354<br>– | <br>25 – 45<br>–<br>333 – 354 |
| Удлиненные отметки через каждые, °С | 5 | 5 |
| Цифры проставлены через каждые, °С | 10 | 10 |
| Максимальная погрешность шкалы, °С | 0,5 до 300 | 1,0 до 370 |
| Максимальная ширина отметки, мм | 0,23 | 0,23 |
| Расширительная камера | По необходимости[1] | – |
| Стабильность при нагреве | См. предостережение к 5.8.1 | См. предостережение к 5.8.1 |

[1] Расширительная камера предназначена для уменьшения давления газа в целях исключения разрушения резервуара при повышенных температурах. Она не предназначается для восстановления разорванного столбика ртути. Не следует нагревать термометр выше максимального значения шкалы.

Примечание – Низкотемпературные термометры ASTM 7C/IP и высокотемпературные термометры ASTM 8C/IP 6C отвечают установленным требованиям.

## Приложение В
(обязательное)

## Определение времени запаздывания термометра и установленные данные перегонки

### В.1 Время запаздывания термометра

#### В.1.1 Общие положения

Время срабатывания электронного устройства измерения температуры в действительности более быстрое, чем у стеклянного ртутного термометра. Прибор, предназначенный для обычного применения, состоящий из сенсорного устройства и его кожуха, и /или электронная система и ее программное обеспечение, сконструированы таким образом, что это устройство воспроизводит задержку температуры стеклянного ртутного термометра.

#### В.1.2 Определение

Отбирают представительную пробу испытываемой продукции, но не чистого соединения, продукта с узким диапазоном свойств или синтетической смеси, состоящей менее чем из шести компонентов. Необходимо убедиться в том, что разность температур при получении 5 % (*V/V*) отгона и 95 % (*V/V*) отгона не меньше 100 °С.

Примечание – Для этого испытания подходят сертифицированные эталонные жидкости (8.2.2).

**В.1.2.1** Проводят автоматическую перегонку с помощью метода, описанного в настоящем стандарте, с использованием электронного прибора измерения температуры.

**В.1.2.2** Заменяют электронный прибор измерения температуры на соответствующий стеклянный ртутный термометр, записывая показания термометра для каждого процента отгона соответствующего продукта, как описано в 9.7.

**В.1.2.3** Вычисляют разность в значениях при каждом наблюдаемом уклоне ($\Delta C/\Delta V$) при использовании обоих методов. Разность в каждой точке должна равняться или быть меньше, чем данные сходимости в этой точке метода испытания.

**В.1.2.4** В случае, если разность больше, чем сходимость метода испытания, регулируют электронный датчик измерения температуры и повторяют испытание до тех пор, пока не будут достигнуты удовлетворительные результаты.

### В.2 Установленные данные перегонки

#### В.2.1 Общие положения

Многие спецификации устанавливают определенный процент выпаривания или отгона как максимальный, минимальный, так и диапазон при заданных значениях температуры. Часто они обозначаются символами «Exxx» или «Rxxx».

Примечание – Характерные заданные температуры – это E70, E100 и E180 для бензинов, R200 для керосинов и R250 и R350 для газойлей.

#### В.2.2 Сущность метода

**В.2.2.1** Исходя из наблюдаемого барометрического давления, рассчитывают соответствующее значение температуры, используя метод, описанный в 10.2.

**В.2.2.2** Перегонку проводят в соответствии с разделом 9, но, если она проводится в диапазоне температур от минус 10 до плюс 10 °С, то нужное значение температуры вычисляют так, как изложено в В.2.2.1. Значения температуры записывают для каждого процента отгона (*V/V*) или чаще. Наблюдают и записывают объем отгона при температуре наиболее близкой к предполагаемой.

Примечание – Если перегонка применяется только для того, чтобы определить Rxxx, перегонку можно прекратить после того, как минимум 2 мл дистиллята было получено свыше максимально заданной температуры.

### B.2.3 Вычисление

Чтобы определить значение Exxx, измеренные потери прибавляют к измеренному объему отгона при требуемом скорректированном значении температуры или близкому к нему. Значение вычисляют при точной температуре, применяя один из методов (графический или арифметический), описанный в 10.6.

### B.2.4 Точность

Хотя набор статистических данных определения точности не проводился непосредственно для Exxx или Rxxx, она должна рассчитываться по формулам, согласно которым точность эквивалентна точности измерения температуры, поделенной на скорость изменения температуры по отношению к объему отгона или выпаривания. Результат расчета становится менее верным при большом значении уклона кривой. Эта взаимосвязь установлена с помощью формул:

$$r_v = \frac{r}{\Delta C/\Delta V}, \quad \text{(B.1)}$$

$$R_v = \frac{R}{\Delta C/\Delta V}, \quad \text{(B.2)}$$

где $r_v$ – сходимость процента выпаривания или отгона;

$r$ – сходимость температуры при заданной температуре, рассчитанная согласно 12.2;

$R_v$ – воспроизводимость процента выпаривания или отгона;

$R$ – воспроизводимость температуры при заданной температуре, рассчитанная согласно 12.3.

## Приложение С
(справочное)

## Примеры расчета данных

### С.1 Общие положения

Пример перегонки, описываемый в настоящем приложении, приведен для продукта, относящегося к группе 1, дающей 96,7 % (*V/V*) отгона, 0,8 % (*V/V*) остатка и 2,5 % (*V/V*) потерь при измеренном барометрическом давлении 98,6 кПа с применением автоматического метода. В таблице С.1 указаны показания термометра до и после внесения поправок.

#### С.1.1 Корректировка показаний термометра

Каждое показание термометра корректируется по формуле (2), приведенной в 10.2 настоящего стандарта. Корректировка проводится по формуле

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

где $t$ – показание термометра, °С.

#### С.1.2 Корректировка потерь

Потери корректируются по формуле (3), приведенной в 10.3 настоящего стандарта. Корректировка проводится по формуле

$$L_c = 0{,}5 + \frac{2{,}5 - 0{,}5}{1 + (101{,}3 - 98{,}6)/8{,}00} = 0{,}5 + \frac{2{,}0}{1{,}34} = 2{,}0\ \%\ (V/V). \qquad (C.2)$$

#### С.1.3 Корректировка отгона

Корректировка отгона проводится в соответствии с формулой (4), приведенной в 10.4 настоящего стандарта:

$$R_c = 96{,}7 + (2{,}5 - 2{,}0) = 97{,}2\ \%\ (V/V). \qquad (C.3)$$

Таблица С.1 – **Измеренные и скорректированные данные**

| | Измеренные данные | Скорректированные данные |
|---|---|---|
| *IBP*, °С | 27,1 | 27,8 |
| 2 % (*V/V*) отгона при °С | 32,8 | 33,5 |
| 5 % (*V/V*) отгона при °С | 38,7 | 39,5 |
| 10 % (*V/V*) отгона при °С | 48,5 | 49,3 |
| 20 % (*V/V*) отгона при °С | 61,9 | 62,7 |
| 30 % (*V/V*) отгона при °С | 75,6 | 76,4 |
| 40 % (*V/V*) отгона при °С | 91,4 | 92,3 |
| 50 % (*V/V*) отгона при °С | 104,5 | 105,4 |
| 60 % (*V/V*) отгона при °С | 118,7 | 119,7 |
| 70 % (*V/V*) отгона при °С | 131,3 | 132,3 |
| 80 % (*V/V*) отгона при °С | 148,8 | 149,8 |
| 90 % (*V/V*) отгона при °С | 164,2 | 165,3 |
| 95 % (*V/V*) отгона при °С | 183,5 | 184,6 |
| *FBP*, °С | 206,0 | 207,2 |
| Отгон, % (*V/V*) | 96,7 | 97,2 |
| Остаток, % (*V/V*) | 0,8 | 0,8 |
| Потери, % (*V/V*) | 2,5 | 2,0 |

## С.2 Пересчет в процент выпаривания

Чтобы показания термометра (скорректированные) при известном проценте отгона пересчитать в соответствующий процент выпаривания, используют формулу (6), приведенную в 10.6.1 настоящего стандарта.

Пример дифференцирования для $T_{50E}$:

$$T_{50E} = 92{,}3 + [(119{,}7 - 92{,}3)(47{,}5 - 40)/(60 - 40)], \quad \text{(С.4)}$$

$$T_{50E} = 102{,}6 \text{ °C}.$$

Другие примеры:

5 % (*V/V*) отгона [7,5 % (*V/V*) выпаривания] при 39,5 °С;

5 % (*V/V*) выпаривания при 34,4 °С;

20 % (*V/V*) отгона [22,5 % (*V/V*) выпаривания] при 62,7 °С;

20 % (*V/V*) выпаривания при 59,5 °С;

90 % (*V/V*) отгона [92,5 % (*V/V*) выпаривания] при 65,3 °С;

90 % (*V/V*) выпаривания при 161,4 °С.

Примечания

1 Температура начала кипения не корректируется, хотя теоретически должна. Для легких продуктов кривая перегонки при температуре начала кипения не является надежным инструментом для экстраполяции до 0 % (*V/V*) выпаривания.

2 Если уклон кривой перегонки изменяется значительно между двумя рассматриваемыми точками, тогда изложенный выше пересчет может привести к ошибкам. В этих случаях предпочтителен графический метод, описанный в 10.6.2 настоящего стандарта. Рекомендуется его использовать при высоком проценте отгона.

## С.3 Определение процента выпаривания при заданных температурах

### С.3.1 Определение

Процент выпаривания можно легко рассчитать с помощью арифметического или графического методов, изложенных в 10.6 настоящего стандарта. Для расчета корректируют значения показаний термометра на соответствующее барометрическое давление и следуют простой интерполяции. Примерами, иллюстрирующими перегонку, являются следующие:

70,8 °С для 70 °С;

100,9 °С для 100 °С;

181,1 °С для 180 °С.

### С.3.2 Точность

Чтобы рассчитать точность для трех вышеуказанных температур, сначала определяют $\Delta C/\Delta V$ для каждой из них:

– E70 – 0,1 (E32,5 – E22,5) = 0,1 (76,4 – 62,7) = 1,37;

– E100 – 0,1 (E52,5 – E42,5) = 0,1 (105,4 – 92,3) = 1,34;

– E180 – 0,2 (E97,5 – E92,5) = 0,2 (184,6 – 165,3) = 3,86.

Точность вычисляют по таблице 6 (автоматический метод). Используют значения для 30 %, 50 % и 95 % выпаривания. Они рассчитываются следующим образом:

$r_2$70 = 2,05, $R_2$70 = 6,07, $r_2$100 = 2,03, $R_2$100 = 5,29, $r_2$180 = 5,12, $R_2$180 = 10,33.

С помощью формул (В.1) и (В.2) точность рассчитывается следующим образом:

| | |
|---|---|
| *r*E70 = 2,05/1,37 = 1,50 % (*V/V*) | *R*E70 = 6,07/1,37 = 4,43 % (*V/V*) |
| *r*E100 = 2,03/1,34 = 1,51 % (*V/V*) | *R*E100 = 5,29/1,34 = 3,95 % (*V/V*) |
| *r*E180 = 5,12/3,86 = 1,33 % (*V/V*) | *R*E180 = 10,33/3,86 = 2,68 % (*V/V*) |

## С.4 Расчет сходимости для группы 0

Разность $d$ при температуре испытания, определяемая изменением объема $V$, равным 2 мл:

$$d_1 = T_1(V - 2) - T_1V \quad \text{(С.5)}$$

или

$$d_2 = T_1 (V + 2) - T_1V. \quad \text{(С.6)}$$

Для повторной перегонки применимы два новых значения $d$:

$$d_3 = T_1 (V - 2) - T_2V \quad \text{(С.7)}$$

или

$$d_4 = T_2 (V + 2) - T_2V, \quad \text{(С.8)}$$

где $T_xV$ – значение температуры перегонки $x$ при объеме $V$;

$T_x (V + 2)$ – значение температуры перегонки $x$ при объеме $V$ + 2мл;

$T_x (V - 2)$ – значение температуры перегонки $x$ при объеме $V$ – 2мл.

Выбирают наименьшее значение $d$ из формул (С.5), (С.6), (С.7) или (С.8) как $d_{min}$.

Повторные значения температуры отвечают критериям сходимости, приведенным в 12.2.1 настоящего стандарта, если

$$T_1V - T_2V \leq d_{min}. \quad \text{(С.9)}$$

## Приложение D
(справочное)

## Сравнение результатов ручной и автоматической перегонки

**D.1** Информация, приведенная в таблицах D.1 и D.2, – это сжатая сводка сравнительных результатов, полученных при ручной и автоматической перегонке. Все показания термометра скорректированы на барометрическое давление 101,3 кПа и приведены в градусах Цельсия.

**D.1.1** Бензины (группа 1). В таблице D.1 дается среднее отклонение между результатами, полученными при ручной и автоматической перегонке на матрице из 14 проб, испытанных в 26 лабораториях. Данные основываются на средних данных ASTM и IP и излагаются в форме «автоматические минус ручные».

Таблица D.1 – **Отклонения данных для бензинов**

| Образец | *IBP* | 5 % | 10 % | 20 % | 30 % | 40 % | 50 % | 60 % | 70 % | 80 % | 90 % | 95 % | *FBP* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | + 1,1 | + 1,9 | + 2,2 | + 1,6 | + 1,4 | + 0,7 | + 0,8 | + 0,7 | + 0,7 | + 0,1 | + 0,4 | + 0,7 | + 0,7 |
| 2 | + 0,9[2] | 0,0[2] | + 0,8 | + 0,4 | + 0,5 | + 0,6 | + 0,2 | + 0,1 | + 0,1 | + 0,4 | + 4,7[2] | + 1,3[2] | + 1,2[2] |
| 3 | + 0,7 | + 1,4 | + 1,6 | + 1,0 | + 0,8 | + 0,6 | + 0,3 | + 0,1 | + 0,2 | + 0,9 | + 0,5 | + 0,1 | – 0,8 |
| 4 | + 0,3 | + 0,6 | + 0,8 | + 0,8 | + 0,3 | + 0,7 | + 0,6 | + 0,8 | + 1,1 | + 1,2 | + 0,8 | + 0,5 | – 0,9 |
| 5 | + 0,5 | + 1,3 | + 1,3 | + 1,3 | + 1,2 | + 1,0 | + 0,9 | + 0,6 | + 0,8 | + 1,0 | + 0,4 | + 0,4 | – 0,9 |
| 6 | + 1,2 | + 1,2 | + 1,6 | + 1,2 | + 1,2 | + 1,1 | + 0,8 | + 1,1 | + 1,2 | + 0,2 | – 0,1 | + 0,2 | – 0,3 |
| 7 | + 0,3 | + 0,8 | + 0,8 | + 0,7 | + 0,8 | + 0,8 | + 1,0 | + 1,5 | + 1,6 | + 1,6 | + 1,5 | + 1,7 | – 0,7 |
| 8 | + 0,3 | + 0,5 | + 0,7 | + 0,6 | + 0,7 | + 1,2 | + 1,2 | + 1,1 | + 1,3 | + 1,9 | + 1,1 | + 1,2 | – 0,8 |
| 9 | + 1,7 | + 2,0 | + 1,8 | + 1,5 | + 1,5 | + 1,5 | + 1,2 | + 0,9 | + 1,3 | + 0,6 | – 0,4 | + 0,4 | – 1,2 |
| 10 | + 1,5 | + 1,5 | + 1,2 | + 0,7 | + 0,4 | + 0,6 | + 0,9 | + 1,0 | + 1,4 | + 1,9 | + 0,9 | + 0,1 | – 2,1 |
| 11 | + 0,9 | + 1,1 | + 1,2 | + 0,8 | + 0,7 | + 0,6 | + 1,1 | + 1,0 | + 0,4 | + 0,5 | – 0,4 | + 0,1 | – 0,8 |
| 12 | + 1,0 | + 2,4[2] | + 2,3 | + 1,2 | + 1,2 | + 1,2 | + 1,2 | + 0,9 | + 1,1 | + 0,2 | – 0,7 | – 0,8[2] | – 0,9 |
| 13[1] | + 0,3 | + 0,3 | + 0,4 | + 0,3 | + 0,2 | + 0,9 | + 1,4 | + 1,0 | + 0,1 | + 1,1 | + 1,2 | + 1,0 | – 1,2 |
| 14[1] | + 0,5 | + 0,4 | + 0,7 | + 0,5 | + 0,8 | + 1,1 | + 1,7 | + 1,7 | + 1,0 | + 0,8 | + 0,3 | 0,0 | 0,0 |

[1] Нефтяные гидроксилсодержащие соединения (10 % этилового спирта в бензине).
[2] Эти значения в анализ точности не включены.

**D.1.2 Керосины и дизельные топлива.** В таблице D.2 приведены средние значения результатов испытаний, полученные при ручном (колонка слева) и автоматическом (колонка справа) методах перегонки керосинов и дизельных топлив.

Таблица D.2 – **Результаты ручного и автоматического метода перегонки керосинов и дизельных топлив**

| | *IBP* | 10 %-ный отгон | 50 %-ный отгон | 90 %-ный отгон | *FBP* |
|---|---|---|---|---|---|
| Керосин | | | | | |
| Максимальное значение | 176,5 174,5 | 193,5 193,0 | 215,5 215,5 | 248,0 248,5 | 268,0 268,5 |
| Минимальное значение | 171,5 172,5 | 191,0 190,5 | 213,5 214,0 | 171,5 172,5 | 264,0 265,0 |
| Среднее значение | 174,5 173,5 | 191,5 191,5 | 214,5 214,5 | 246,0 247,0 | 264,5 266,5 |
| Дизельное топливо | | | | | |
| Максимальное значение | 190,5 189,0 | 215,0 218,0 | 268,5 269,0 | 322,0 323,0 | 341,5 343,0 |
| Минимальное значение | 179,5 179,5 | 208,5 208,5 | 264,0 264,0 | 318,0 316,0 | 337,0 338,0 |
| Среднее значение | 185,5 184,5 | 213,0 214,0 | 266,0 266,0 | 319,0 318,5 | 340,0 340,5 |

## Приложение Е
(справочное)

## Поправки на ртутный столбик к показаниям приборов контроля температуры

**Е.1** Если используют электронный или другой прибор контроля температуры без погрешностей ртутного столбика, характерной для стеклянного ртутного термометра, то показания этого прибора или соответствующая система данных должны быть скорректированы на эту погрешность. Формулы средних значений, приведенные в Е.2 и Е.3 были выведены из информации, предоставленной четырьмя изготовителями автоматического оборудования для перегонки.

**Е.1.1** Формулы, приведенные в Е.2 и Е.3, имеют ограниченное применение и даются только для информации. Кроме того, поправка на ртутный столбик для электронных приборов и соответствующей системы данных также должна учитывать задержку времени срабатывания, измеренную для стеклянных ртутных термометров.

**Е.2** Если альтернативный прибор контроля температуры заменяет низкотемпературный термометр, нет необходимости вносить поправку на ртутный столбик при температуре ниже 20 °С. Соответствующая поправка $T_{elr}$, превышающая данное значение, рассчитывается по формуле

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

**Е.3** Если альтернативный прибор контроля температуры заменяет высокотемпературный термометр, нет необходимости вносить поправку на ртутный столбик при температуре ниже 35 °С. Соответствующая поправка $T_{ehr}$, превышающая данное значение, рассчитывается по формуле

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

где $T_t$ – фактическая температура, °С.

## Приложение F
(справочное)

## Сведения о соответствии международных стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве модифицированных государственных стандартов

Таблица F.1

| Обозначение и наименование международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование государственного стандарта |
|---|---|---|
| ИСО 3170:1988<br>Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб | MOD | ГОСТ 2517-85<br>Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб |
| ИСО 3171:1988<br>Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов | MOD | ГОСТ 2517-85<br>Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб |

Ответственный за выпуск *И.А.Воробей*

Сдано в набор 02.06.2003 Подписано в печать 12.06.2003 Формат бумаги А4
Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать на ризографе.
Усл. печ. л. 3,72 Усл. кр.- отт. 3,72 Уч.- изд. л. 1,74 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия ЛВ № 231 от 04.03.2003. Лицензия ЛП № 408 от 25.07.2000
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru