ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ 1559-2005

Нефтепродукты

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПРИ ПОНИЖЕННОМ ДАВЛЕНИИ

Нафтапрадукты

МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ФРАКЦЫЙНАГА САСТАВУ ПРЫ ПАНІЖАНЫМ ЦІСКУ

(ASTM D 1160-03, IDT)

ание официальное

БЗ 5-2005



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.6.048.3-984(083.74)(476) МКС 75.080 КП 03 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, состав фракционный, метод определения, давление пониженное, перегонка, температура начала кипения, температура конца кипения

Предисловие

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

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

ВНЕСЕН отделом стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 июля 2005 г. № 33

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 1160-03 «Standard Test Method for distillation of Petroleum products at reduced Pressure» (АСТМ Д 1160-03 «Стандартный метод перегонки нефтепродуктов при пониженном давлении»).

Стандарт ASTM D разработан Комитетом ASTM D2 по нефтепродуктам и смазочным материалам, подкомитетом D02.08 по испаряемости.

В стандарт внесено редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования американского стандарта с целью выполнения требований ТКП 1.5-2004 (04100) в части построения наименования стандарта.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в БелГИСС.

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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Значение и применение метода 2
6 Аппаратура 2
7 Реактивы и материалы 14
8 Пробы и требования к отбору проб 14
9 Подготовка, калибровка и проверка работоспособности аппаратуры 15
10 Проведение испытания 15
11 Расчет и протокол 16
12 Точность и отклонение 16
Приложения (обязательные) 20
А.1 Порядок калибровки датчиков температуры 20
А.2 Порядок определения времени отклика температуры 21
А.3 Порядок калибровки вакуумных манометров 22
А.4 Система регулирования давления 23
А.5 Проверка установки с использованием эталонного топлива 24
А.6 Обезвоживание пробы и предотвращение вспенивания 25
А.7 Порядок преобразования измеренной температуры пара в эквивалентную температуру при атмосферном давлении (АЕТ) 26
А.8 Пример вычисления показателей точности 27
А.9 Перегонка нефтепродуктов при пониженном давлении (автоматическая) 28
Приложение Х.1 (справочное) Порядок правильного расположения устройства измерения температуры пара 31

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПРИ ПОНИЖЕННОМ ДАВЛЕНИИ

Нафтапрадукты
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ФРАКЦЫЙНАГА САСТАВУ ПРЫ ПАНІЖАНЫМ ЦІСКУ

Petroleum products
Method of determination fractional composition at reduced pressure

Дата введения 2006-01-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения фракционного состава (температурных пределов кипения) при пониженном давлении нефтепродуктов, которые могут частично или полностью испаряться при максимальной температуре 400 °С. Стандарт устанавливает ручной и автоматический методы.

1.2 При возникновении разногласий арбитражным является ручной метод при давлении, определяемом по взаимному соглашению.

1.3 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Значения, указанные в круглых скобках, являются справочными.

1.4 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, если такие существуют, связанных с его применением.

Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья и определяет необходимость использования регулирующих ограничений до его применения.

Особые меры предосторожности приведены в 6.1.4, 6.1.8.1, 10.11 и А.3.2.1.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты ASTM:

ASTM D 613 Метод определения цетанового числа дизельного топлива[1]

ASTM D 1193 Вода. Технические условия[2]

ASTM D 1250 Стандартное Руководство по применению таблиц измерения параметров нефти и нефтепродуктов[3]

ASTM D 1298 Метод определения плотности, относительной плотности (удельного веса) или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов с помощью ареометра[3]

ASTM D 4052 Стандартный метод определения плотности и относительной плотности жидкостей с помощью цифрового плотномера[4]

ASTM D 4057 Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную[4]

ASTM D 4177 Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов[4]

[1] Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 05.05.
[2] Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 11.01.
[3] Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 05.01.
[4] Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 05.02.

Издание официальные

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 эквивалентная температура при атмосферном давлении (AET) (atmospheric equivalent temperature (AET): Температура, преобразованная из измеренной температуры пара по формуле (А.7.1). AET – это ожидаемая температура дистиллята, если бы перегонка была проведена при атмосферном давлении и не наблюдалась термическая деструкция.

3.1.2 конечная точка (EP) или температура выкипания (FBP) (end point (EP) or final boiling point (FBP): Максимальная температура пара, достигнутая при испытании.

3.1.3 начальная точка кипения (IBP) (initial boiling point (IBP): Температура пара, измеренная в момент падения первой капли конденсата с нижней части сливной трубки холодильника.

3.1.3.1 При присоединении цепочки к сливной трубке холодильника образовавшаяся первая капля стекает по ней вниз. В аппаратуре автоматического метода устройство обнаружения первой капли должно быть размещено как можно ближе к нижней части сливной трубки.

3.1.4 точка перелива (spillover point): Наивысшая точка нижней внутренней стенки в месте спая дистилляционной колонки и секции конденсации колонки в вакуумной рубашке в сборе.

4 Сущность метода

4.1 Пробу перегоняют при точно контролируемом давлении от 0,13 до 6,7 кПа (1 – 50 мм рт. ст.) при условиях, которые теоретически моделируют проведение перегонки приблизительно на одной тарелке. Полученные значения начальной точки кипения и температуры выкипания используют для построения кривой перегонки, устанавливающей зависимость полученного объема дистиллята в процентах и эквивалентной температуры кипения при атмосферном давлении.

5 Значение и применение метода

5.1 Настоящий метод используют для определения дистилляционных характеристик нефтепродуктов и фракций, которые подвергаются разложению при перегонке при атмосферном давлении. Температурные пределы кипения, полученные при условиях, моделирующих проведение перегонки приблизительно на одной тарелке, можно использовать в инженерных расчетах при проектировании оборудования для перегонки, для приготовления соответствующих смесей для промышленных целей, определения соответствия регулирующим нормам, определения пригодности продукта для использования в качестве сырья для процесса переработки и других целей.

5.2 Температурные пределы кипения непосредственно зависят от вязкости, давления пара, степени нагрева, средней молекулярной массы и многих других химических, физических и прочностных свойств. Любое из этих свойств может быть определяющим фактором при установлении пригодности продукта к применению по назначению.

5.3 Требования к температурным пределам перегонки на основании данных, полученных при применении настоящего метода испытания, часто включают в технические условия на нефтепродукты.

5.4 На основании данных, полученных при применении настоящего метода, установлено множество корреляционных зависимостей, которые используются при инженерных расчетах. Эти корреляционные зависимости широко используются в повседневной инженерной практике.

6 Аппаратура

6.1 Установка для вакуумной перегонки, схематично изображенная на рисунке 1, состоит из комплектующих, описанных ниже, а также приведенных на рисунке 1, конструкция и параметры которых не определены в настоящем стандарте. Некоторые из этих комплектующих не являются неотъемлемой частью установки для получения удовлетворительных результатов в ходе испытаний, но их наличие желательно для эффективного использования и удобства эксплуатации установки. Как ручные, так и автоматические установки должны соответствовать приведенным ниже требованиям. Дополнительные требования к автоматическим установкам приведены в приложении А.9.

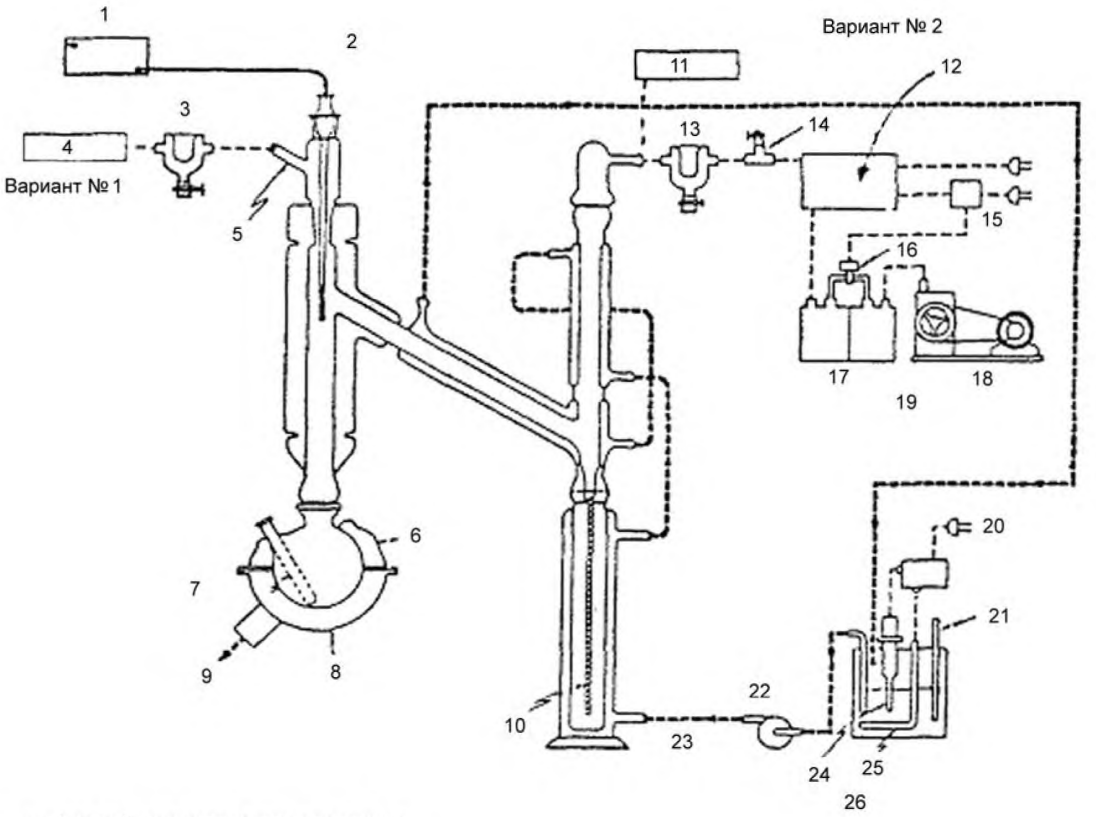
6.1.1 Колба для перегонки вместимостью 500 мл из боросиликатного стекла или кварца, соответствующая размерам, указанным на рисунке 2 или 3, снабженная нагревательным кожухом с изолирующим покрытием. Изготовитель может незначительно изменять указанные размеры, так как они не считаются критическими, за исключением расположения конца термочувствительного элемента и того, что внутренний диаметр соединительной детали дистилляционной колонки не должен быть меньше

внутреннего диаметра этой колонки. Вместо измерительного канала для ввода термоэлемента может использоваться термочувствительный элемент в корпусе, так как вторая боковая горловина имеется в серийно изготавливаемых колбах, применяемых в настоящем методе.

6.1.2 Колонка в сборе с вакуумной рубашкой из боросиликатного стекла, состоящая из дистилляционной головки и присоединенной секции холодильника в соответствии с рисунком 4 и таблицей 1. Головка должна быть помещена в полностью посеребренную стеклянную вакуумную рубашку с постоянным вакуумом менее 10^{-5} Па (10^{-7} мм рт.ст.) (примечание 1). Присоединенная секция холодильника должна иметь водяную рубашку, как показано на рисунке 4, и сверху иметь переходник для соединения с источником вакуума. Легкая цепочка должна свисать со сливной трубки холодильника на 5 мм ниже отметки 10 мл приемника, как показано на рисунке 5. Вместо металлической цепочки можно использовать металлическую насадку для стока дистиллята по стенке приемника. Эта насадка может прикрепляться к сливной трубке холодильника, как показано на рисунке 5, или располагаться в горловине приемника.

Примечание 1 – Не существует простого способа определения вакуума в полностью герметизированной рубашке. Можно использовать трансформатор Тесла, но искровой разряд может фактически пробить рубашку. Даже незначительный пробой или трещина, которые трудно обнаружить визуально, нарушают герметичность рубашки.

6.1.3 Устройство измерения температуры пара и соответствующие приборы формирования и обработки сигналов (приложение А.1) измерения температуры пара. Система измерения должна представлять данные с погрешностью ± 0,5 °С в диапазоне от 0 °С до 400 °С, а время срабатывания системы должно составлять менее 200 с, как указано в приложении А.2. Расположение датчика температуры пара является критическим. Как показано на рисунке 6, устройство измерения температуры пара должно быть правильно расположено в верхней части дистилляционной колонки, а чувствительный элемент устройства должен находиться на (3 ± 1) мм ниже точки перелива (3.1). Устройство измерения температуры пара может иметь различную конструкцию в зависимости от того, является ли оно платиновым резистором (PRT) в стеклянном или металлическом корпусе или термопарой в стеклянном или металлическом корпусе. На рисунках 7 и 8 показано правильное положение этих двух типов устройств относительно точки перелива. В платиновых резисторах в стеклянном корпусе верх спиральной намотки является чувствительным элементом, в термопарах – это спай, а в устройствах в металлическом корпусе элемент выступает не более чем на 2 мм над нижней частью устройства. Порядок правильного расположения устройства описан в приложении Х.1. Устройство измерения температуры пара вставляется в уплотнение типа компрессионного кольца, находящегося в верхней части стеклянного переходника для датчика температуры (присоединения к источнику вакуума) или вплавленного в пришлифованное конусное соединение, подогнанное к дистилляционной колонке. В некоторых конструкциях установки для перегонки вакуумный переходник в верхней части дистилляционной колонки может отсутствовать. В таких случаях положение устройства измерения температуры пара следует отрегулировать соответствующим образом. Устройством измерения температуры кипения может быть термопара или PRT, расположенные, как указано выше.



1 – цифровой индикатор температуры;
2 – датчик (PRT);
3 – охлаждаемая ловушка;
4 – вакуумный манометр;

Вариант № 1

5 – переходник для датчика температуры или присоединения к источнику вакуума;
6 – изолирующий кожух;
7 – измерительный канал для ввода термоэлемента;
8 – нагревательный кожух;
9 – к регулируемому автотрансформатору;
10 – цепочка для стекания;
11 – вакуумный манометр;

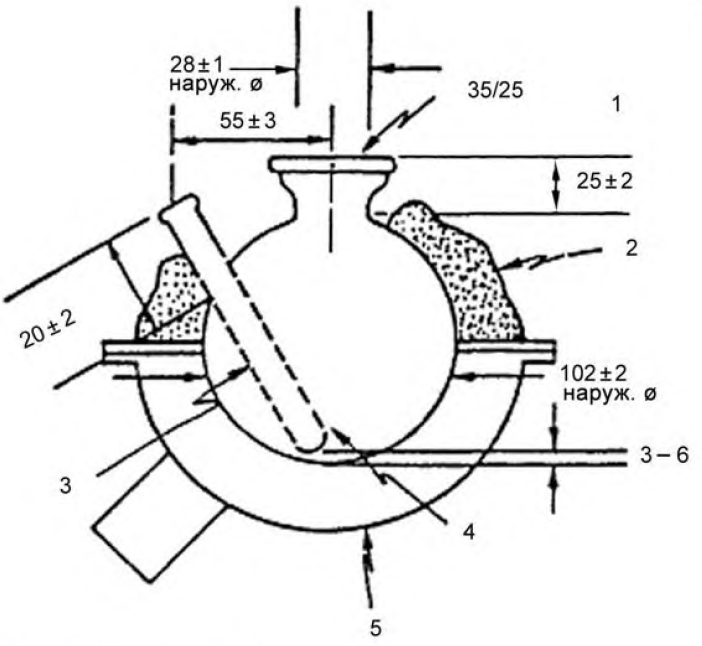
Вариант № 2

12 – система регулирования давления;
13 – охлаждаемая ловушка;
14 – соединение для восстановления давления;
15 – реле;
16 – электромагнитный клапан;
17 – уравнительные баки;
18 – вакуумный насос;
19 – источник вакуума;
20 – реле;
21 – термометр;
22 – циркуляционный насос;
23 – поток охлаждающей жидкости;
24 – терморегулятор;
25 – погружной нагреватель;
26 – система циркуляции охлаждающей жидкости

Примечание – В варианте № 2 охлаждаемую ловушку можно разместить перед датчиком давления при необходимости или если конструкция датчика, например, ртутного манометра МакКлеода, требует обеспечения защиты от паров.

Рисунок 1 – Аппарат для вакуумной перегонки в сборе

Размеры в миллиметрах



Измерительный канал для ввода термоэлемента может устанавливаться в колбу при помощи уплотнения или пришлифованного соединения с конусом 19/38.

Для перегонки, при которой температура не может превышать 400 °С, измерительный канал для ввода термоэлемента можно не использовать.

1 – сферическое соединение;
2 – изолирующее покрытие;
3 – измерительный канал для ввода термоэлемента с внутренним диаметром (8 ± 0,5) мм;
4 – канал не должен выходить за пределы центра колбы;
5 – нагревательный кожух

Рисунок 2 – Колба для перегонки и нагревательный кожух

Размеры в миллиметрах

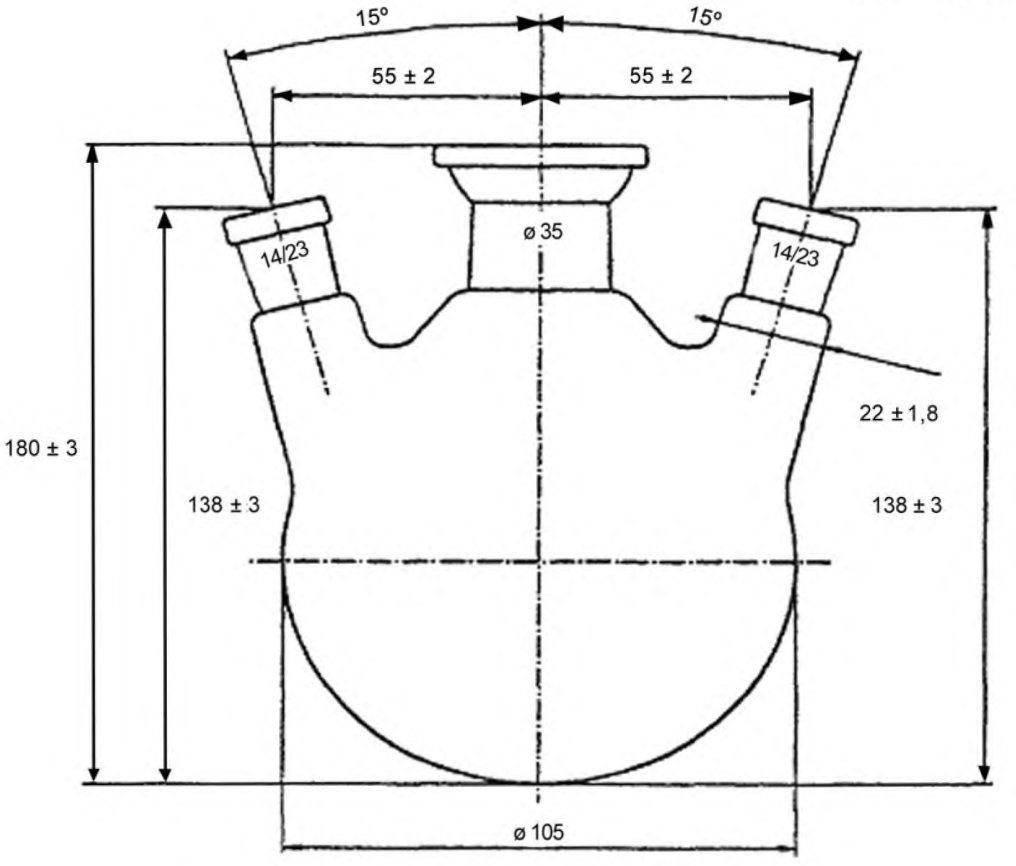
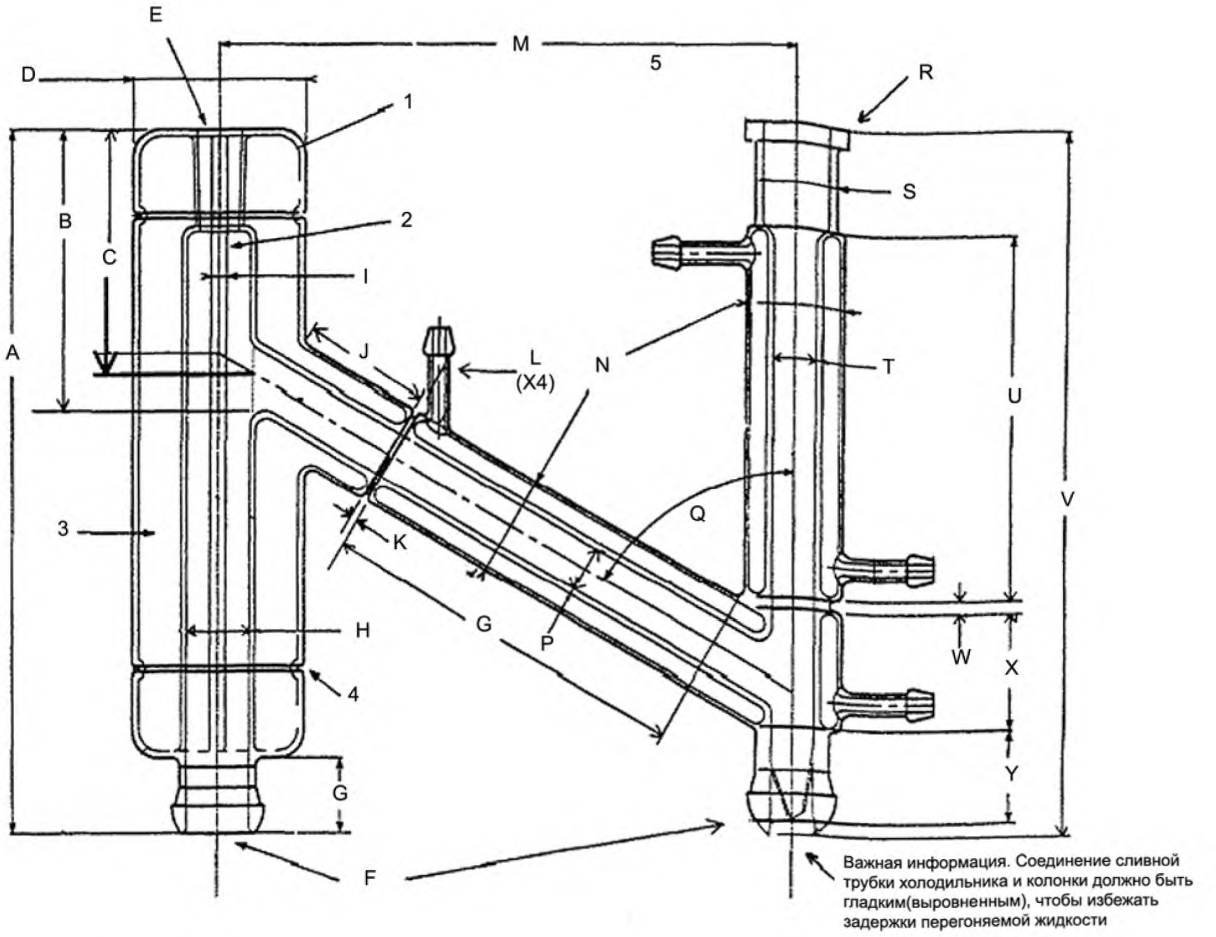


Рисунок 3 – Колба для перегонки вместимостью 500 мл



1 – дистилляционная колонка;
2 – вертикальное смотровое окошко;
3 – посеребренная вакуумная рубашка;
4 – сильфонный компенсатор;
5 – отделение конденсации.
Размер A – Y согласно таблице 1

Рисунок 4 – Колонка с вакуумной рубашкой

6.1.4 Приемник из боросиликатного стекла, размеры которого соответствуют размерам, приведенным на рисунке 9. Если приемник является частью автоматического оборудования и устанавливается в термостатированной камере, то кожух не нужен. (Предупреждение. Стеклянные части установки подвергаются воздействию жестких температурных условий. Для уменьшения вероятности повреждений во время испытания необходимо использовать оборудование, стойкое к воздействию поляризованного света.)

Таблица 1 – Размеры колонки с вакуумной рубашкой в сборе

Примечание 1 – Размеры, приведенные ниже, представлены для сведения и руководства при верификации конструкции соответствующей сборки. Фактические размеры, получаемые изготовителями стеклянного оборудования в некоторой степени варьируются, поэтому размеры конструкции в сборе не просто получить после сборки установки. Размеры, отмеченные как критические, должны иметь указанные допуска. Размеры, указанные в данной таблице, получены от пользователей различных промышленных ручных и автоматических установок, которые применялись при выполнении межлабораторной программы для определения точности настоящего метода испытания.

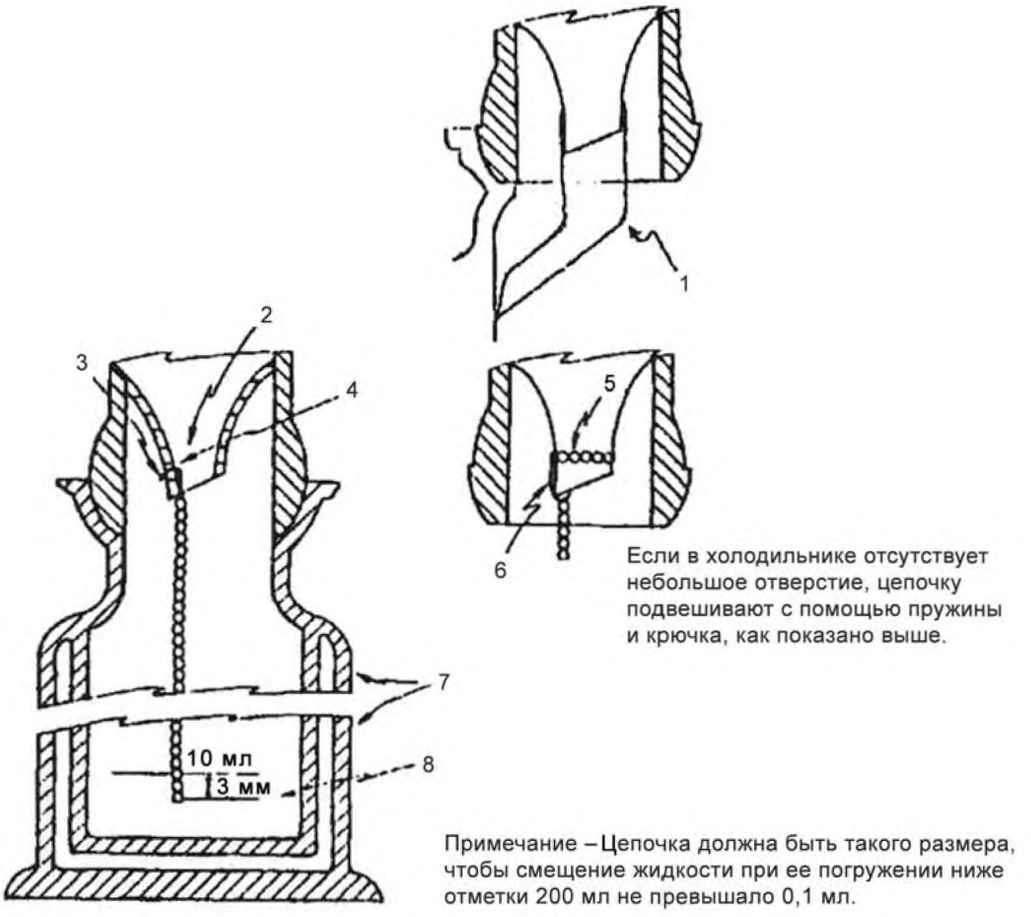
Примечание 2 – Важная информация. В дальнейшем планируется продолжить исследование с целью определения диапазона оптимальных размеров, что приведет к более высокой точности настоящего метода испытания. Предполагается, что размеры установки в сборе и комплектующих установки будут получены в течение следующего года, и внедрение их произойдет через пять лет с момента публикации пересмотренного метода испытания.

Компонент	Критический	Размеры[A]	Примечания
A	Нет	265 ± 10	...
B	Да	99 ± 4	Точка перелива
C	Да	85 ± 3	Измерение внутреннего размера затруднено, используется изготовителем при сборке установки. Размер от центра наклонной внутренней трубки до пересечения с внутренней стенкой вертикальной колонки
D (наруж.ø)	Нет	64,5 ± 2	...
E	Нет	14/23 или 19/38	Коническое пришлифованное соединение (с внутренней резьбой[B])
F	Нет	35/25	Сферическое пришлифованное соединение (с наружной резьбой[B])
G	Нет	35 ± 10	Эта область должна быть закрыта изолирующим покрытием нагревательного кожуха
H (внутр.ø)	Да	24,7 ± 1.2	Данный размер получается при использовании трубки с наружным диаметром 28 мм
I	Нет	2 – 12	Окошко позволяет наблюдать за скоростью выкипания и чистотой колонки, но также приводит к потере тепла
J	Нет	60 ± 20	...
K	Нет	12 ± 7	...
L (наруж.ø)	Нет	8	Слабо охлаждаемые соединения
M	Да	230 ± 13	Данный размер определяет эффективность конденсации пара и влияет на температуру конденсации и объем дистиллята
N (наруж.ø)	Нет	38 ± 2	...
O	Да	140 ± 20	Данный размер определяет эффективность конденсации пара и влияет на температуру конденсации и объем дистиллята
P (внутр. Ø)	Да	18,7 ± 1,1	Данный размер получается при использовании трубки с наружным диаметром 22 мм
Q	Да	60 ± 2°	...
R	Нет	Не приведены	Соединение с системой вакуума; допускается использование любых подходящих средств
S	Нет	Не приведены	Диаметр удлинения над секцией холодильника; следует придерживаться наименьшего или наибольшего внутреннего диаметра секции холодильника (T)
T (внутр.ø)	Да	18,7 ± 1,1	Данный размер получается при использовании трубки с наружным диаметром 22 мм

Окончание таблицы 1

Компонент	Критический	Размеры[A]	Примечания
U	Да	140 ± 5	Данный размер влияет на эффективность конденсации пара, что отражается на результатах температуры/восстановления
V	Нет	Не применяется	Удлинение верхней и нижней части секции холодильника определяется изготовителем, они не влияют на испытание
W	Нет	12 ± 7	...
X	Да	50 ± 8	...
Y	Да	30 ± 7	Расстояние до конца сливной трубки холодильника

[A] Все размеры в миллиметрах.
[B] Различные стеклянные пришлифованные соединения могут иметь одно значение отношения диаметра к длине. Для настоящего метода испытания подходит любое их отношение, а в некоторых случаях размер диаметра сам по себе не имеет значения. Тем не менее, важно, чтобы охватывающие и охватываемые детали каждого соединения были из одной серии, для исключения выпадения или образования выступа.



1 – металлическая насадка;
2 – цепочка холодильника;
3 – крючок из проволоки 30 калибра или более тонкой;
4 – небольшое отверстие для подвешивания;
5 – пружина;
6 – крючок;
7 – приемник;
8 – цепочку подвешивают на таком уровне

Рисунок 5 – Особенности крепления цепочки и насадки к холодильнику

6.1.5 Вакуумный манометр, измеряющий абсолютные давления с точностью 0,01 кПа в диапазоне ниже абсолютного значения 1 кПа и с точностью 1 % выше этого давления. При правильном использовании манометр МакКлеода может достигать такой точности, но ртутный манометр будет сохранять такую точность только до давления 1 кПа при условии, что показания снимаются с помощью катетометра – прибора на базе телескопического устройства, установленного на шкале нониус, для определения уровней с высокой точностью. Электронный манометр, например, типа Баратрон, может рассматриваться как отвечающий установленным требованиям, если его калибруют по манометру МакКлеода, но периодически его необходимо повторно проверять, как указано в приложении А.3. Рекомендуемая схема для точного измерения давления показана на рисунке А.3.1. Не рекомендуется использование вакуумных манометров, принцип действия которых основан на использовании провода высокого сопротивления, изменения излучения и электропроводимости.

Примечание 2 – Подходящими приборами для измерения давления в системе при проведении испытания являются тензиметр или электронный манометр при условии, что результат измерения прослеживается по эталонному манометру, например неопрокидывающемуся манометру МакКлеода.

6.1.5.1 При сборке установки вакуумный манометр присоединяют к боковой трубке переходника для датчика температуры (присоединения к источнику вакуума) дистилляционной колонки (предпочтительное положение) или к боковой трубке переходника для датчика температуры (присоединения к источнику вакуума) холодильника. Длина соединения должна быть как можно меньше, а его внутренний диаметр должен быть не менее 8 мм.

6.1.6 Система регулирования давления, способная поддерживать постоянное давление в системе с точностью до 0,01 кПа при абсолютном давлении до 1 кПа и с точностью до 1 % при абсолютном давлении 1 кПа или выше. Оборудование для такой системы описано в приложении А.4. При сборке установки систему регулирования давления подсоединяют к трубке, расположенной в верхней части холодильника. Длина соединения должна быть как можно меньше, а его внутренний диаметр должен быть не менее 8 мм.

6.1.7 Источник вакуума, состоящий из одного или более вакуумных насосов и нескольких уравнительных баков, способных поддерживать постоянное давление с точностью до 1 % по всему диапазону рабочего давления. Вакуумный переходник используется для присоединения верхней части холодильника к источнику вакуума (рисунок 1) при помощи как можно более короткой трубки с внутренним диаметром не менее 8 мм. В качестве источника вакуума может быть использован одноступенчатый насос с производительностью не менее 850 л/мин (30 cfm) при 100 кПа, но рекомендуется использовать двухступенчатый насос с такой же или большей производительностью, если перегонка будет проводиться при давлении ниже 0,5 кПа. Рекомендуется использовать уравнительные баки вместимостью не менее 5 л, чтобы снизить колебания давления.

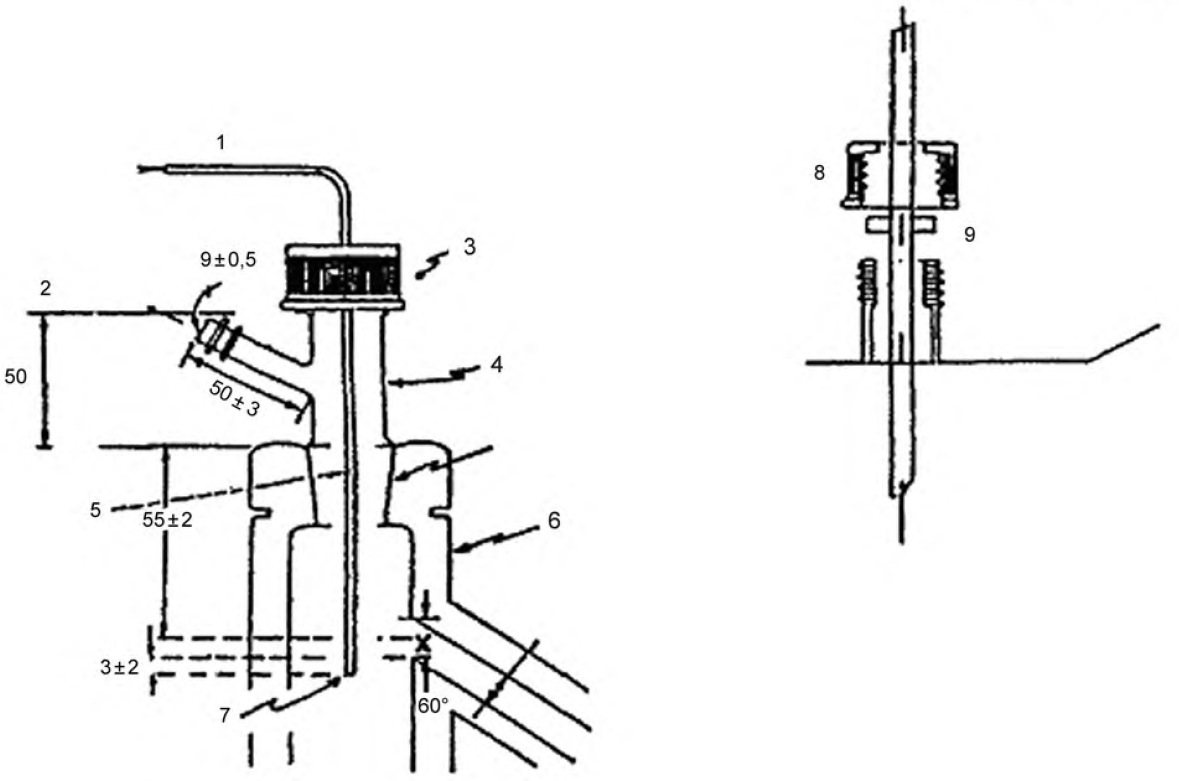
6.1.8 Охлаждаемые ловушки

6.1.8.1 Охлаждаемую ловушку устанавливают между верхней частью холодильника и источником вакуума для улавливания низкокипящих компонентов дистиллята, которые не конденсируются в секции холодильника. Эта ловушка должна охлаждаться хладоносителем, который поддерживает температуру в ловушке ниже минус 40° С. Обычно для этого используют жидкий азот. (**Предупреждение.** Если происходит большой подсос воздуха в систему и в качестве хладоносителя используется жидкий азот, то возможна конденсация кислорода в ловушке. Если в ловушке одновременно присутствуют углеводороды, может произойти воспламенение или взрыв при нагревании ловушки в соответствии с 10.12).

6.1.8.2 Охлаждаемую ловушку устанавливают между переходником для датчика температуры (присоединения к источнику вакуума) и вакуумным манометром для защиты манометра от загрязнения низкокипящими компонентами дистиллята.

6.1.9 Источник воздуха низкого давления или диоксида углерода для охлаждения колбы и нагревательного устройства после окончания перегонки.

Размеры в миллиметрах



1 – датчик (PRT);
2 – к системе измерения давления;
3 – колпачок с резьбой;
4 – переходник для датчика температуры или присоединения к источнику вакуума;
5 – термочувствительный элемент;
6 – верхняя часть дистилляционной колонки;
7 – кончик датчика;
8 – колпачок с резьбой;
9 – силиконовое компрессионное кольцо с тефлоновым покрытием

Рисунок 6 – Расположение датчика температуры

Размеры в миллиметрах

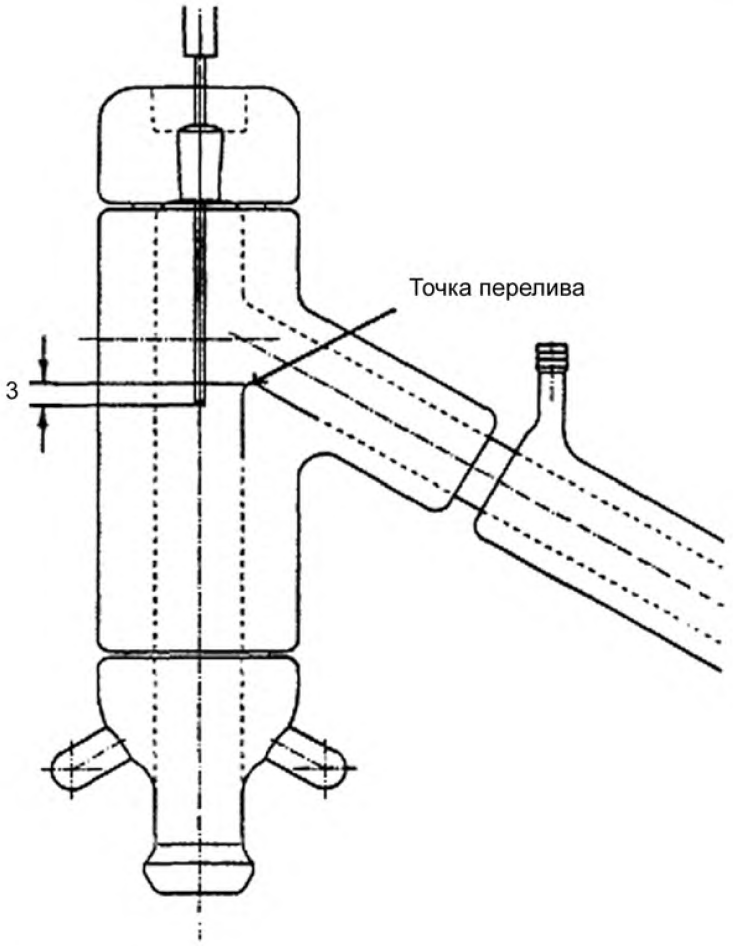


Рисунок 7 – Устройство с платиновым резистором для измерения температуры

Размеры в миллиметрах

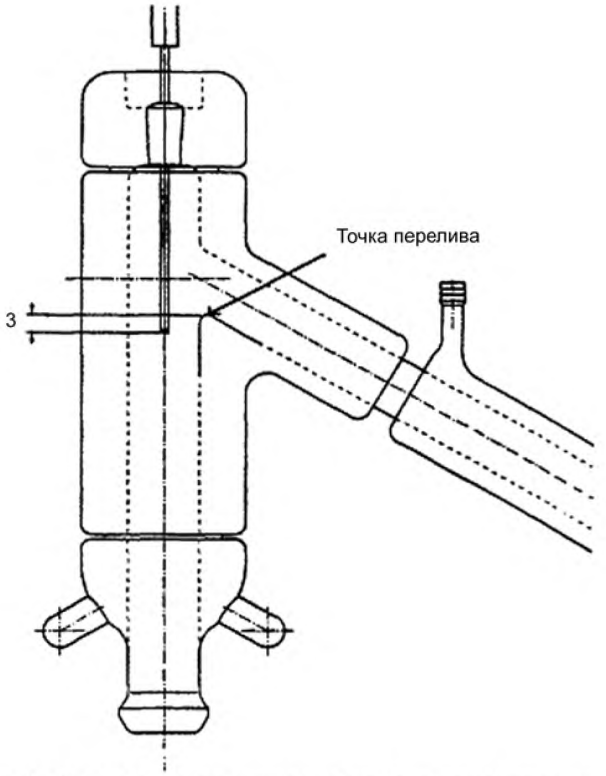
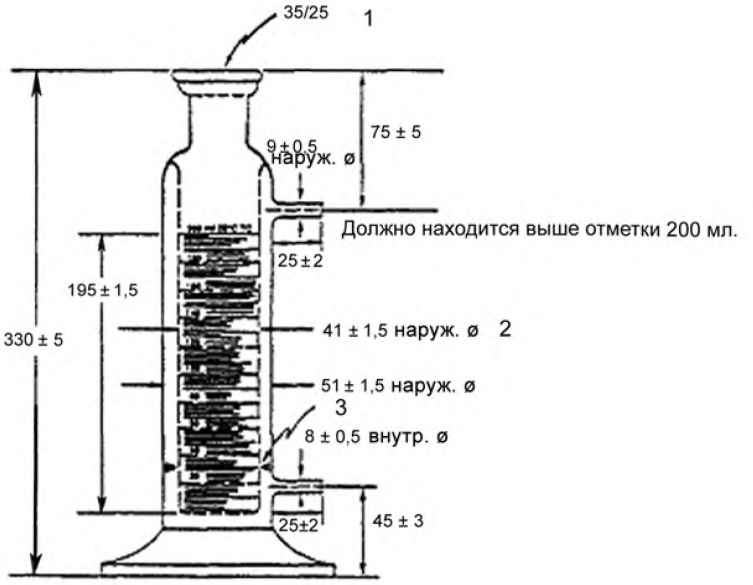


Рисунок 8 – Устройство с термопарой для измерения температуры

Размеры в миллиметрах



1 – сферическое соединение;
2 – внутренняя трубка;
3 – три углубления (метки), расположенные под углом 120° от центра внутри трубки (следует предотвращать запотевание градуировки)

Примечание – В автоматических установках кожух не требуется, если приемник помещен в термостатированную камеру. Если кожух используется, то соединения не должны мешать снятию показаний с градуированной поверхности приемника.

Рисунок 9 – Приемник

6.1.10 Источник сжиженного азота для создания вакуума в системе.

6.1.11 Защитный экран или защитный кожух, который в достаточной степени защищает оператора от установки для перегонки в случае аварии. Рекомендуется использовать армированное стекло, прозрачное органическое стекло толщиной 6 мм или прозрачный материал аналогичной прочности.

6.1.12 Система циркуляции охлаждающей жидкости, способная подавать хладоноситель к приемнику и системе холодильников при температуре, контролируемой с погрешностью ± 3 °С в диапазоне от 30 °С до 80 °С. Для автоматических установок, в которых приемник устанавливают в термостатированную камеру, система циркуляции охлаждающей жидкости должна подавать хладоноситель только к системе холодильников.

7 Реактивы и материалы

7.1 n-тетрадекан – реактив, соответствующий техническим требованиям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества[5].

7.2 Эталонное топливо Американского общества по испытаниям и материалам с известным цетановым числом (n-гексадекан), соответствующее техническим требованиям метода испытания по ASTM D 613.

7.3 Силиконовая консистентная смазка – для обеспечения высокого вакуума, специально изготовленная для использования в установках с высоким вакуумом.

7.4 Силиконовое масло – для применения в течение длительного времени при температуре свыше 350 °С.

7.5 Толуол, технический продукт.

7.6 Циклогексан, технический продукт.

8 Пробы и требования к отбору проб

8.1 Отбор проб проводят в соответствии с ASTM D 4057 или ASTM D 4177. Предполагается, что лаборатория получает пробу объемом 4 – 8 л, которая является представительной для поставленной партии продукта или изготовленного продукта и будет использоваться для испытаний и анализов. Для данного метода испытания потребуется часть пробы, объем которой немного превышает 200 мл.

8.2 Для испытания используют пробу, не содержащую воду. При обнаружении воды (капли на стенке сосуда, слой жидкости на дне контейнера и т. д.) выполняют процедуру, приведенную в приложении А.6, пункт А.6.1, для обезвоживания пробы, количество которой является достаточным для получения 200 мл продукта, помещаемого в перегонную колбу.

8.3 Определяют плотность пробы при температуре приемника с использованием ареометра по ASTM D 1298, цифрового плотномера по ASTM D 4052, применяя математические подпрограммы или таблицы по ASTM D 1250 или вместе взятые.

8.4 Если проба не будет испытываться сразу после отбора, ее хранят при температуре окружающей среды или более низкой. Если пробу получают в пластмассовом контейнере, то для хранения ее необходимо перенести в стеклянный или металлический контейнер.

8.5 Перед наполнением перегонной колбы проба должна быть полностью жидкой. Если в пробе имеются кристаллы, ее нагревают до температуры, необходимой для растворения кристаллов. Проба должна быть тщательно перемешана в течение 5 – 15 мин, в зависимости от объема пробы, ее вязкости и других факторов для обеспечения однородности. Если твердые частицы содержатся при температуре выше 70 °С, то вероятно, что они являются неорганическими по природе происхождения и не являются частью перегоняемой пробы. Такие твердые частицы извлекают из пробы путем фильтрования или декантации.

8.5.1 Некоторые вещества, например остаточные продукты от легкого крекинга и парафины с высокой температурой плавления, не преобразуются полностью в жидкость при температуре 70 °С. Эти твердые и полутвердые частицы не извлекают, поскольку они являются частью углеводородной смеси.

---

[5] «Химические реактивы. Технические условия Американского химического общества», Washington, DC. Рекомендации по проведению испытаний реактивов, не указанных Американским химическим обществом, име-

ются в «Annual Standards for Laboratory Chemicals», BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., United States Pharmacopeial and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

9 Подготовка, калибровка и проверка работоспособности аппаратуры

9.1 Датчики температуры и соответствующее устройство формирования и обработки сигналов калибруют как единое устройство в соответствии с приложением А.1.

9.2 Работу системы регулирования давления проверяют в соответствии с приложением А.4.

9.3 Стеклянные части установки очищают, сушат и смазывают соединяемые поверхности. Можно использовать высоковакуумную силиконовую консистентную смазку, но в количестве не более того, которое необходимо для образования однородного тонкого слоя на пришлифованных стеклянных поверхностях. Лишнее количество смазки может вызвать утечку и привести к вспениванию пробы при запуске установки.

9.4 Собирают установку и проводят испытание пустой установки на герметичность, как указано в А.3.3.2.

9.5 Проверяют собранную установку с применением одного из двух реактивов, указанных в 7.1 и 7.2, в соответствии с приложением А.5.

10 Проведение испытания

10.1 Определяют дату последней калибровки датчика температуры. Проводят повторную калибровку в соответствии с приложением А.1, если прошло больше времени, чем установлено в приложении А.1.

10.2 Устанавливают такую температуру хладоносителя холодильника, которая не менее чем на 30 °С ниже самой низкой температуры пара, наблюдаемой при испытании.

Примечание 3 – Для перегонки чаще всего используется хладоноситель с температурой 60 °С.

10.3 Используя значение плотности пробы, с точностью до 0,1 г определяют массу 200 мл пробы при температуре приемника. Взвешивают рассчитанное количество продукта в колбе для перегонки.

10.4 Сферические соединения установки для перегонки смазывают соответствующей смазкой (примечание 4). Проверяют, чтобы поверхности соединяемых элементов были очищены перед нанесением смазочного материала и используют только необходимое минимальное количество смазки. Колбу присоединяют к нижнему сферическому соединению дистилляционной головки, размещают нагревательный прибор под колбой, устанавливают верхний кожух и присоединяют оставшуюся часть установки, используя пружинные зажимы для закрепления соединений.

Примечание 4 – Для смазывания используют силиконовую консистентную смазку для обеспечения высокого вакуума. Применение излишнего количества смазочного материала для присоединения колбы может стать причиной вспенивания пробы при перегонке.

10.5 Несколько капель силиконового масла капают на дно измерительного канала колбы для ввода термоэлемента и вставляют датчик температуры до упора. Датчик может быть закреплен путем набивки стекловаты в верхней части измерительного канала.

10.6 Включают вакуумный насос и наблюдают за содержимым колбы на предмет вспенивания. Если проба пенится, то давление в установке увеличивают, пока не прекратится вспенивание.

Пробу нагревают для удаления газа, растворенного в продукте. Общие указания по уменьшению чрезмерного вспенивания пробы приведены в А.6.2.

10.7 Аппарат вакуумируют, пока давление не достигнет уровня, необходимого для перегонки (примечание 5). Невозможность достичь уровня давления, необходимого для перегонки, или постоянное увеличение давления в установке с блокированным насосом свидетельствует о значительной утечке в системе. В системе создают атмосферное давление, используя азот, и снова смазывают все соединяемые поверхности. Если в системе в целом утечка не прекращается, то отдельные части системы проверяют на герметичность.

Примечание 5 – В большинстве случаев задается давление в 1,3 кПа (10 мм рт. ст.). Для тяжелых нефтепродуктов, основная фракция которой кипит при температуре выше 500 °С, как правило, создается рабочее давление в 0,13 кПа (1 мм ртутного столба) или 0,26 кПа (2 мм рт. ст.).

10.8 При достижении заданного давления включают нагревательный прибор и как можно быстрее нагревают колбу, не допуская при этом чрезмерного вспенивания пробы. Как только пар или дефлегмационная жидкость появляется на горловине колбы, нагрев регулируют таким образом, чтобы скорость дистилляции была 6 – 8 мл/мин (примечание 6).

Примечание 6 – Особенно трудно обеспечить заданную скорость в самом начале перегонки, но ее можно будет достичь после того, как будут получены первые 10 % дистиллята.

10.9 Записывают температуру пара, время и давление для каждой из следующих фракций (в процентах по объему), собранных в приемнике при IBP: 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 95 и в конечной точке. Если температура жидкости достигает 400 °С, или температура пара достигает максимального значения до конечной точки, то записывают температуру пара и общий полученный объем в момент, когда перегонку прекращают. Если продукт проверяют на соответствие требованиям определенных технических условий, то записывают все данные требуемых наблюдений, независимо от того, перечислены они выше или нет.

Примечание 7 – Максимальную температуру пара определяют по результатам полной перегонки продукта или по началу процесса крекинга.

10.10 Если наблюдается внезапное повышение давления, связанное с образованием белых паров и понижением температуры пара, то перегоняемый продукт подвергается разложению. Перегонку сразу прекращают и записывают этот факт в журнале регистрации результатов испытаний. Если необходимо, проводят повторную перегонку с использованием свежей пробы при более низком рабочем давлении.

10.11 Нагревательный прибор опускают на 5 – 10 см и охлаждают колбу и нагревательный прибор слабой струей воздуха или, предпочтительнее, струей диоксида углерода (примечание 8). Восстанавливают давление внутри колонки закачиванием сухого азота (Предупреждение. Восстановление давления внутри колонки закачиванием воздуха, может привести к возгоранию или взрыву, если в колонке содержатся пары горячего продукта), если необходимо демонтировать аппарат до того, как он охладится до температуры ниже 200 °С. Для восстановления давления также можно использовать диоксид углерода при условии, что не применяются ловушки, охлаждаемые жидким азотом. (Предупреждение. В дополнение к другим мерам предосторожности рекомендуется прекращать перегонку при максимальной температуре пара 350 °С. Применение колбы для перегонки при температуре выше 350 °С в течение длительного времени при давлении менее 1 кПа может привести к деформации колбы. В этом случае колбу бракуют после использования. В качестве альтернативной используют кварцевую колбу.)

Примечание 8 – Колбу предпочтительно охлаждать слабой струей диоксида углерода, чтобы предотвратить возгорание в случае появления трещины колбы во время испытания или охлаждения.

10.12 Температуру охлаждаемой ловушки, установленной перед источником вакуума, доводят до температуры окружающей среды. Извлекают, измеряют и записывают объем легких продуктов, собранных в ловушке.

10.13 Приемник снимают и заменяют другим приемником. Колбу снимают и заменяют другой колбой, содержащей очищающий растворитель (примечание 9). Проводят перегонку при атмосферном давлении, чтобы очистить аппарат. В конце цикла очистки колбу и приемник снимают и пропускают слабую струю воздуха или диоксида углерода, чтобы высушить аппарат.

Примечание 9 – В качестве очищающего растворителя можно использовать толуол или циклогексан.

11 Расчет и протокол

11.1 Записанные значения температуры пара приводят к эквивалентной температуре при атмосферном давлении (АЕТ), используя формулы, приведенные в приложении А.7.

11.2 Записывают АЕТ с точностью до градуса Цельсия для каждой фракции (в процентах по объему), собранной в приемнике. Записывают также идентифицирующие показатели пробы: плотность (измеренную по 8.3), общее количество дистиллята, собранного в приемнике и охлаждаемой ловушке, установленной перед источником вакуума, необычные явления, например вспенивание, и меры, принятые для устранения проблемы.

12 Точность и отклонение[6]

12.1 Точность. Показатели точности настоящего метода испытания были определены при использовании автоматического вакуумного дистилляционного анализатора. Точность настоящего метода испытания выражается следующим образом:

[6] Подтверждающая информация хранится в штаб-квартире ASTM и может быть получена по запросу Research Report RR: D02-1206.

12.1.1 Сходимость (повторяемость). Расхождение между двумя результатами испытаний в градусах Цельсия, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных условиях испытания на идентичном испытуемом продукте в течение продолжительного периода времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превышать значения, указанные в таблице 2.

12.1.2 Воспроизводимость. Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами в градусах Цельсия, полученными разными операторами, работающими в различных лабораториях с идентичным испытуемым продуктом в течение продолжительного периода времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превышать значения, указанные в таблице 2.

12.1.3 В таблице 2 скорость изменения АЕТ в градусах Цельсия на объем собранной жидкости в процентах обозначается как *C/V*, %. В любой точке в пределах от 10 % до 90 % предполагается, что данное значение равно среднему значению двух значений *C/V*, %, которые интерполируют рассматриваемое значение. Ни при каких условиях разница между двумя этими значениями не должна превышать 20 %.

Исключение составляет 5 %-ный предел перегонки, в котором разница объемов собранного продукта не должна превышать 10 %. Пример приведен в приложении А.8.

12.2 Показатели точности таблицы 2 были рассчитаны по приведенным ниже формулам. Эти формулы можно использовать для вычисления показателей точности для значений *C/V*, %, не приведенных в таблице.

12.2.1 Сходимость *r* вычисляют по следующей формуле

$$r = M[e \exp\{a + b \ln (1{,}8\ S)\}]/1{,}8, \qquad (1)$$

где *r* – сходимость, °С (АЕТ);

e – основание натурального логарифма, равное 2,718281828;

a, b и M – постоянные величины, указанные в 12.5.1;

S – скорость изменения температуры, °С (АЕТ) на процент объема собранной жидкости.

Таблица 2 – Показатели точности

Примечание – При получении данных этой таблицы использовались значения эквивалентной температуры при атмосферном давлении в градусах Цельсия.

Показатели точности	Сходимость (повторяемость)				Воспроизводимость			
Давление	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 FBP	17 3,3		15 7,1		56 31		49 27	
Собранный объем	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	6,0	9,3	7,2
1,5	3,2	3,3	2,8	2,9	13	7,8	11	8,5
2,0	3,4	3,5	3,1	3,2	16	9,4	12	9,6
2,5	3,6	3,7	3,3	3,5	18	11	14	11
3,0	3,8	3,9	3,6	3,7	21	12	15	11
3,5	3,9	4,0	3,8	3,9	23	13	16	12
4,0	4,0	4,2	3,9	4,1	25	15	16	13
4,5	4,1	4,3	4,1	4,3	27	16	17	13
5,0	4,2	4,4	4,3	4,4	29	17	18	14
5,5	4,3	4,5	4,4	4,6	30	18	19	15
6,0	4,4	4,6	4,5	4,7	32	19	19	15
6,5	4,5	4,7	4,7	4,8	34	20	20	16
7,0	4,6	4,8	4,8	5,0	35	23	21	16
7,5	4,7	4,8	4,9	5,1	37	22	21	16
8,0	4,8	4,9	5,0	5,2	38	23	22	17

8,5	4,8	5,0	5,1	5,3	40	24	22	17

Окончание таблицы 2

Показатели точности	Сходимость (повторяемость)				Воспроизводимость			
Давление	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 FBP	17 3,3		15 7,1		56 31		49 27	
Собранный объем	5 – 50 %	60 – 90 %	5 – 50 %	60 – 90 %	5 – 50 %	60 – 90 %	5 – 50 %	60 – 90 %
C/V, %								
9,0	4,9	5,1	5,2	5,4	41	25	23	18
9,5	5,0	5,1	5,3	5,5	43	25	23	18
10,0	5,0	5,2	5,4	5,6	44	26	24	19
10,5	5,1	5,2	5,5	5,7	46	27	24	19
11,0	5,1	5,3	5,6	5,8	47	28	25	19
11,5	5,2	5,4	5,7	5,9	48	29	25	20
12,0	5,2	5,4	5,8	6,0	50	30	26	20
12,5	5,3	5,5	5,9	6,1	51	30	26	20
13,0	5,3	5,5	6,0	6,2	52	31	27	21
13,5	5,4	5,6	6,0	5,3	54	32	27	21
14,0	5,4	5,6	6,1	6,3	55	33	27	21
14,5	5,5	5,7	6,2	6,4	56	33	28	22
15,0	5,5	5,7	6,3	6,5	57	34	28	22

12.2.2 Воспроизводимость *R* можно вычислить по следующей формуле

$$R = M'[e\ \exp\{a' + b'\ \ln\ (1{,}8\ S)\}]/1{,}8, \qquad (2)$$

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

a´, b´ и M´ – постоянные величины, указанные в 12.5.2;

S – скорость изменения температуры, °С (АЕТ) на процент объема собранной жидкости.

12.2.3 Пример вычисления приведен в приложении А.8.

12.3 Для вычисления показателей точности при значении давления от 0,13 до 1,3 кПа (1 – 10 мм рт. ст.) используют постоянные величины, определенные методом линейной интерполяции с использованием данных, приведенных в 12.5.1 и 12.5.2.

12.4 Отклонение

Отклонение не может быть определено из-за отсутствия одобренных стандартных образцов, необходимых для определения отклонений по изложенному в настоящем стандарте методу.

12.5 Постоянные величины для вычисления приведены в таблице 2.

12.5.1 Постоянные величины для вычисления сходимости *r*:

		Объем собранного продукта			
		IBP	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 величины для вычисления воспроизводимости *R*:

		Объем собранного продукта			
		IBP	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

Приложения
(обязательные)

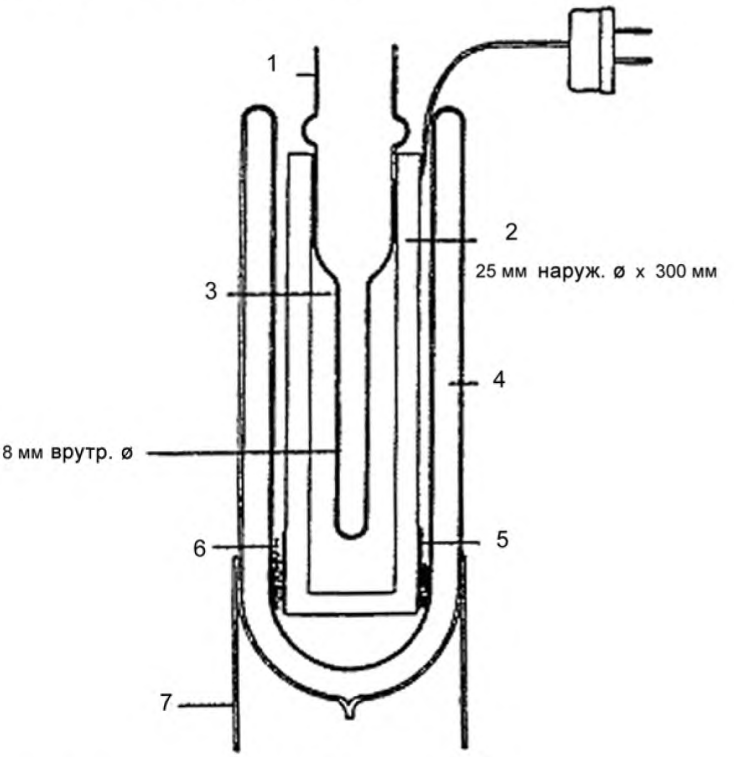
А.1 Порядок калибровки датчиков температуры

А.1.1 Сущность метода. В настоящей части приложения установлен основной метод калибровки датчиков температуры пара по первичным эталонным датчикам температуры, как это рекомендовано Национальным институтом стандартов и технологий (NIST, США), для исключения проблем, связанных с использованием вторичных эталонных датчиков температуры. Метод может быть использован для калибровки других датчиков температуры.

А.1.2 Датчики следует калибровать по всему диапазону температур перед использованием в первый раз и всякий раз после ремонта или обслуживания датчиков и связанных с ними приборов. Датчики, применяемые для измерения температуры пара, следует проверять ежемесячно при одном или нескольких значениях температуры.

А.1.3 Датчики и связанные с ними приборы калибруют, записывая температуру замерзания воды и температуру затвердевания выбранных чистых металлов и смесей металлов, указанных в А.1.6.

А.1.4 Аппаратура. Рекомендуемое устройство для испытаний приведено на рисунке А.1.1. Для определения температуры замерзания воды сосуд Дьюара может быть заменен на сосуд, заполненный не менее чем на 50 % дробленым льдом с водой.



1 – измерительный канал для ввода термоэлемента;
2 – графитовый тигель;
3 – заполняют до указанного уровня металлом высокой чистоты;
4 – стандартный сосуд Дьюара;
5 – электрический нагреватель, мощностью 100 Вт;
6 – изолирующая асбестовая лента для правильной установки тигля внутри сосуда Дьюара;
7 – металлическое основание

Рисунок А.1.1 – Баня для определения точки плавления при использовании температурных эталонов

А.1.5 Калибровка

А.1.5.1 Для датчиков температуры, которые установлены в уплотнение измерительного канала, на дно канала помещают силиконовое масло или другую инертную жидкость в количестве достаточном для создания оптимального контакта между датчиком и дном канала. Датчики, которые вплавлены в канал, можно калибровать без использования инертной жидкости.

А.1.5.2 Около 0,3 мл силиконового масла помещают на дно измерительного канала бани для определения температуры плавления и вставляют датчики, которые необходимо откалибровать. Масло должно закрывать дно.

А.1.5.3 Баню для определения температуры затвердевания нагревают до температуры, которая на (5 – 10) °С выше температуры плавления металла, находящегося внутри, и поддерживают такую температуру в течение 5 мин, чтобы весь металл, находящийся внутри, расплавился.

А.1.5.4 Прекращают подогрев бани, наблюдают и записывают кривую охлаждения. Рекомендуется использовать ленточный диаграммный самописец. Если на кривой охлаждения наблюдается участок постоянной температуры не менее чем в течение 1 мин, то температуру, зафиксированную на этом участке кривой, принимают за эталонную температуру.

А.1.5.5 При необходимости к полученному значению прибавляют поправку для получения скорректированной температуры. Диаграмму можно строить с использованием скорректированной температуры для интерполяции. При использовании автоматизированных приборов поправка должна включаться в результаты наблюдений и регулироваться.

А.1.5.6 Если на кривой участок затвердевания слишком короткий, то его можно увеличить, подавая тепло во время цикла охлаждения. Необходимо учитывать возможность загрязнения или окисления металла в бане. В этом случае металл следует заменить.

А.1.6 Реактивы и материалы

А.1.6.1 Дистиллированная вода, соответствующая требованиям, определенным для типа III по ASTM D 1193 с температурой замерзания 0 °С.

А.1.6.2 Смесь металлов: Sn (олово) 50 % по массе, Pb (свинец) 32 % по массе, Cd (кадмий) 18 % по массе – температура затвердевания 145,0 °С.

А.1.6.3 Sn (олово), 100 %, температура затвердевания 231,9 °С.

А.1.6.4 Pb (свинец), 100 %, температура затвердевания 327,4 °С.

А.2 Порядок определения времени отклика температуры

А.2.1 Область применения

Настоящая методика применяется для определения времени отклика температуры в зависимости от скорости охлаждения датчика при заданных условиях.

А.2.2 Значение и применение

Данную методику применяют, удостоверившись, что датчик способен достаточно быстро реагировать на изменение температуры, которое не имеет значительной погрешности, обусловленной запаздыванием, что вносит быстрое нарастание температуры на кривой.

А.2.2.1 Наибольшее значение данное испытание имеет в условиях пониженного давления, когда теплосодержание паров минимально.

А.2.3 Проведение

А.2.3.1 На нагревательную плитку устанавливают химический стакан вместимостью 1 л с водой и стеклянным измерительным каналом для термоэлемента, расположенным вертикально в воде. Поддерживают температуру воды в пределах (90 ± 5) °С.

А.2.3.2 Датчик подключают к соответствующему прибору, желательно с цифровой индикацией, позволяющему считывать показания с точностью до 0,1 °С. Датчик может быть подключен к ленточному диаграммному самописцу с диапазоном, подходящим для интерполяции до 0,1 °С. Устанавливают скорость записи диаграммы не менее чем 30 см/ч для удобства считывания.

А.2.3.3 Датчик помещают в отверстие, расположенное в центре одной из сторон картонной коробки в форме куба с длиной стороны около 30 см. Датчик следует зафиксировать в этом месте, плотно закрепив в отверстии. Температуру в коробке записывают после того, как она станет стабильной.

А.2.3.4 Датчик извлекают из коробки и вставляют в измерительный канал, находящийся в стакане с водой. После того, как показания датчика достигнут значения температуры, равного 80 °С, его извлекают и сразу же вставляют в отверстие в коробке.

А.2.3.5 Время, необходимое для охлаждения датчика до температуры от 30 °С до 5 °С, превышающей температуру, зарегистрированную по А.2.3.3, определяют по секундомеру или записям на ленточном диаграммном самописце.

А.2.3.6 Интервал времени, превышающий 200 с, считается неприемлемым.

А.3 Порядок калибровки вакуумных манометров

А.3.1 Сущность метода. Калибровка вакуумных манометров предусматривает использование манометра МакКлеода, который является единственным применяемым на практике эталонным манометром, подходящим для данного диапазона давлений.

Примечание А.3.1 – Основные элементы конструкции манометров МакКлеода точно определены. Манометр, который при правильной эксплуатации отвечает требованиям, указанным в 6.1.5, для диапазона давления от 0,1 до 5 кПа, имеет следующие размеры: длина капиллярной трубки (200 ± 5) мм, диаметр капиллярной трубки 2,7 мм (известный с точностью до 0,002 мм), общий объем + объем капиллярной трубки (10,5 ± 0,5) мл (известный с точностью до 0,05 мл). При использовании этого манометра лучше всего регулировать уровень ртути в позиции, находящейся с противоположной стороны от закрытого конца капиллярной трубки системы давления. Давление в системе вычисляют по следующей формуле

$$P = Kbh^2 / (V - bh), \qquad (А.3.1)$$

где K = 133,32, коэффициент преобразования, мм рт.ст.;

P – давление в системе, Па;

b – объем капиллярной трубки на единицу длины, мл/мм;

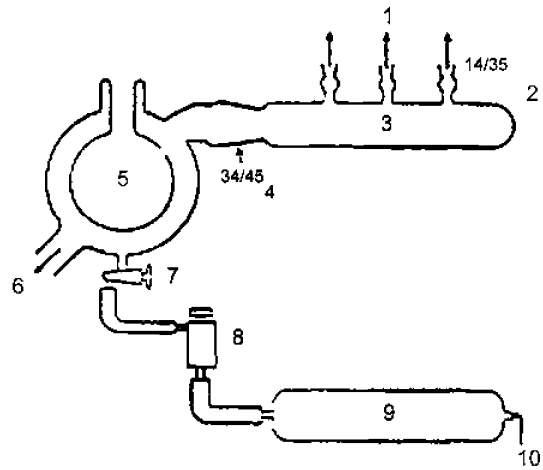
h – длина капиллярной трубки, не заполненной ртутью, мм;

V – общий объем ртутного резервуара и капиллярной трубки, мл.

Приведенная формула включает поправочный коэффициент, который применяют, если не заполненная ртутью длина капиллярной трубки составляет существенную часть системы давления. Условием правильной работы данного манометра при измерении давлений в системе в диапазоне от 100 до 200 Па (0,75 – 1,5 мм рт. ст.) является определение длины капиллярной трубки, не заполненной ртутью, с точностью до 0,2 мм. При значениях давления от 0,2 до 2 кПа (1,5 – 15 мм рт. ст.) длина может измеряться с точностью до 0,5 мм.

А.3.2 Аппаратура. Рекомендуемая испытательная установка приведена на рисунке А.3.1. Установка должна быть способной поддерживать установившееся давление с точностью до 1 % от требуемого давления в интервале от 1 кПа и выше и с точностью до 0,01 кПа при давлении ниже 1 кПа.

А.3.2.1 Манометр МакКлеода при использовании его в качестве эталонного должен быть прогрет и опорожнен при давлении ниже 0,01 кПа перед заполнением чистой ртутью, а затем защищен от воздействия влаги, например, атмосферного воздуха. Рекомендуется использовать два манометра МакКлеода с разными диапазонами давлений. Если показания этих манометров согласуются при испытательном давлении, то это указывает на то, что в системе нет влаги и других конденсирующихся веществ. (Предупреждение. Ртуть – ядовитое вещество, вредное и смертельно опасное при вдыхании или попадании внутрь организма человека).



1 – к испытуемым манометрам;
2 – соединения конусные;
3 – коллектор с наружным диаметром 35 – 40 мм;
4 – соединение конусное;
5 – сферическая вакуумная ловушка вместимостью 500 мл;
6 – к вакуумному насосу;
7 – запорный кран с наклонным отверстием диаметром 2 мм;
8 – автоматическое вакуумное управление или выпускной клапан типа Hoke;
9 – сушильная камера (указывающая на аскарит);
10 – азот

Рисунок А.3.1 – Калибровка вакуумных манометров

А.3.3 Проведение калибровки

А.3.3.1 Устанавливают коллектор так, как показано на рисунке А.3.1.

А.3.3.2 Удостоверяются, что коллектор является герметичным и может поддерживать установившееся давление на заданном уровне. Такое же испытание на герметичность проводится с вакуумным насосом при разряжении ниже 0,1 кПа, а также отсоединенным насосом. За давлением внутри устройства наблюдают не менее 1 мин. Если за указанное время давление поднимется не более чем на 0,01 кПа, то считается, что устройство удовлетворяет требованиям.

А.3.3.3 Присоединяют эталонный вакуумный манометр (манометры) и манометр (манометры), подлежащий (подлежащие) калибровке. Устанавливают давление на уровне, необходимом для испытания, и проводят заключительные испытания на герметичность, как указано выше.

А.3.3.4 Снимают и записывают показания всех манометров по возможности одновременно.

А.3.3.5 Повторяют указанную выше процедуру при давлении в 0,13, 1,3 и 6,7 кПа (1, 10 и 50 мм рт. ст.).

А.3.3.6 Составляют таблицу поправок, прибавляемых к каждому значению давления, для каждого испытуемого манометра. При необходимости таблицу можно использовать для интерполяции.

А.4 Система регулирования давления

А.4.1 В системе регулирования давления может использоваться многопарный вакуумный насос с низким КПД, соединенный с одним из двух расположенных последовательно уравнительных баков вместимостью 10 – 20 л каждый. Электромагнитный клапан или регулятор другого типа используют в соединении баков, при этом в первом баке должно поддерживаться давление, создаваемое насосом, а во втором – давление в аппарате для перегонки.

А.4.1.1 В некоторых системах желательно наличие небольшого отверстия, соединяющего баки, которое обеспечит возможность функционирования баков через равные промежутки времени для обеспечения плавной работы. Опыт показал, что это отверстие необходимо располагать на таком минимальном уровне, чтобы предотвратить потерю паров через соединение манометра с верхней частью колонки.

А.4.1.2 Соединительные трубки от второго бака к аппарату для вакуумной перегонки должны быть как можно короче и иметь как можно больший диаметр. Рекомендуемый внутренний диаметр трубок не менее 12 мм.

А.4.1.3 В многоступенчатых установках перегонки допускается использование мощного насоса и уравнительного бака низкого давления большой вместимости. Несколько баков меньшего размера, функционирующих при разных давлениях перегонки, можно присоединять к уравнительному баку низкого давления большой вместимости с помощью отдельных регуляторов давления. Можно использовать другие варианты компоновок при условии, что постоянное давление поддерживается в пределах ограничений, определенных в 6.1.7.

Примечание А.4.1 – При использовании электромагнитного клапана или другого электрического регулятора необходимо применять соответствующий маностат (стабилизатор давления) для запуска системы регулирования. Такие маностаты описываются в литературе, а также предлагаются лабораториям фирмами-поставщиками. В качестве альтернативного отдельным маностату и соленоиду можно использовать маностат, работающий в декартовой системе координат. Такое устройство способно поддерживать давление в системе в пределах установленных ограничений вплоть до давления в 1 кПа.

А.5 Проверка установки с использованием эталонного топлива

А.5.1 Собранную установку, включая предварительно откалиброванные датчики для измерения давления и температуры и связанные с ними приборы, проверяют для подтверждения правильности сборки и функционирования. Проверку проводят, как описано, при испытательном давлении в случае со специальным образцом или при двух и более значениях давления в случае общей проверки оборудования, используя n-гексадекан или n-тетрадекан.

А.5.1.1 При использовании n-гексадекана интервал температур перегонки, полученных для фракций от 10 % – 90 % включительно, должен соответствовать таблице А.5.1.

Таблица А.5.1 – Температуры перегонки эталонных веществ

Давление		Диапазон температур, °С	
кПа	мм рт. ст	n-тетрадекан	n-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

А.5.1.2 При значениях давления, превышающих 0,1 кПа и не указанных в таблице А.5.1, средняя температура не должна отличаться более чем на 1,5 °С от температуры t, рассчитанной по формуле

$$t = [1831{,}316/(6{,}14438 - \log P)] - 154{,}53, \quad (А.5.1)$$

где P – рабочее давление, кПа;
t – температура, °С, или

$$t = [1831{,}316/(7{,}01944 - \log P)] - 154{,}53, \quad (А.5.2)$$

где P – рабочее давление, мм рт. ст.;
t – температура, °С.

А.5.1.3 При использовании n-тетрадекана интервал температур перегонки, полученных для фракций от 10 % до 90 % включительно, должен соответствовать таблице А.5.1.

А.5.1.4 При значениях давления, превышающих 0,1 кПа и не указанных в таблице А.5.1, и в случае использования n-тетрадекана средняя температура не должна отличаться более чем на 1,5 °С от температуры t_{14}, рассчитанной по формуле

$$t_{14} = [1747{,}452/(6{,}1471 - \log P)] - 168{,}44, \quad (А.5.3)$$

где P – рабочее давление, кПа;
t – температура, °С, или

$$t_{14} = [1747{,}452/(7{,}02216 - \log P)] - 168{,}44, \quad (A.5.4)$$

где P – рабочее давление, мм рт. ст.;
t – температура, °С.

А.6 Обезвоживание пробы и предотвращение вспенивания

А.6.1 Обезвоживание пробы

Рекомендуется следующий способ обезвоживания проб, подвергаемых перегонке по методу настоящего стандарта: 300 мл пробы нагревают до 80 °С, добавляют 10 – 15 г плавленого хлорида кальция ($CaCl_2$) с размерами частиц 8 – 12 меш, энергично перемешивают в течение 10 – 15 мин. Затем смесь охлаждают без перемешивания, и отбрасывают масляный слой путем декантации.

А.6.2 Предотвращение вспенивания и кипения с толчками

А.6.2.1 Склонность проб к кипению с толчками или чрезмерному вспениванию часто является серьезным препятствием для соответствующей вакуумной перегонки нефтепродуктов. В некоторых случаях это происходит из-за наличия воды или растворенных в нефти газов, но вспенивание многих проб происходит даже при отсутствии этих загрязняющих веществ. Оптимальный способ снижения чрезмерного вспенивания до контролируемых параметров отсутствует. Приведенные ниже способы, успешно применявшиеся для этих целей, приводятся только в качестве примеров.

А.6.2.2 Дегазирование

Процедура, описанная в 10.6, предназначена для ускорения дегазирования. Небольшая скорость снижения давления или повышения температуры либо то и другое одновременно для нефтепродукта, находящегося в колбе, является важным фактором для правильного выполнения данной процедуры. Другой способ дегазирования – это фильтрование пробы в вакууме перед взвешиванием.

А.6.2.3 Применение стальной ваты

Используют примерно 10 г складчатой стальной ваты среднего сорта. Разворачивают ее и разделяют на 8 – 10 длинных прядей. Проталкивают каждую прядь по отдельности в колбу. Следует избегать плотного размещения прядей или образования больших свободных поровых объемов. Верхнюю часть колбы заполняют стальной ватой, но следят за тем, чтобы ни одна прядь не выступала в горловину колбы более чем на 6 мм.

Можно использовать 0,5 – 0,6 г стальной ваты второго сорта, из которой делают пять шариков диаметром около 8 – 10 мм каждый и опускают в колбу.

А.6.2.4 Центры кипения

Центры кипения представляют собой кусочки дробленых фарфоровых высушенных изделий или алундовых огнеупорных изделий, опускаемые в колбу до начала перегонки. Также можно использовать плоские гранулы Hengar, которые применяют при определении азота по методу Кьельдаля (примечание А.6.1).

Примечание А.6.1 – Вспомогательные средства для защиты от бурления могут влиять на кривую перегонки. Поэтому следует использовать их только в тех случаях, когда они крайне необходимы для выполнения перегонки.

А.6.2.5 Силиконовые жидкости

Добавление к пробе в колбе одной или двух капель силиконовой жидкости[7] (350 сСт) во многих случаях эффективно для подавления вспенивания. Тем не менее, аналитические тесты фракций, полученных после испытания продуктов по этому методу, могут выявить отклонения, связанные с наличием этих жидкостей, поэтому в протоколе необходимо указывать об их использовании.

А.6.2.6 Подготовка колбы

В некоторых лабораториях внутреннюю поверхность колбы обрабатывают, перед тем как использовать ее для перегонки для обеспечения активного образования пузырей на поверхности жидкости. Для этого в ней кипятят 100 мл раствора гидроксида натрия с массовой долей 33 % в течение 15 – 20 мин, протравливают дно внутри колбы парами фтористоводородной кислоты, и вносят тонко измельченное карборундовое или фриттованное стекло на дно колбы.

[7] Единственным поставщиком кремнийорганического соединения – силиконовой жидкости № 200, известным комитету в настоящее время, является компания Dow Corning. Если известны другие поставщики, эту информацию можно представить в штаб-квартиру ASTM. Это информация будет рассмотрена на заседании ответственного технического комитета, на котором можно присутствовать.

А.7 Порядок преобразования измеренной температуры пара в эквивалентную температуру при атмосферном давлении (АЕТ)

А.7.1 Область применения

А.7.1.1 Настоящий метод используют для преобразования температуры перегонки, определенной при пониженном давлении, в АЕТ, соответствующую эквивалентной температуре кипения при атмосферном давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), используя уравнения Максвелла и Боннелла[8].

А.7.2 Значение и применение

А.7.2.1 Значения АЕТ получают путем вычислений.

А.7.3 Расчеты

А.7.3.1 Определенное по методу настоящего стандарта значение температуры пара преобразовывают в АЕТ по формуле

$$\text{АЕТ} = \frac{748{,}1A}{[1/(T+273{,}1)]+0{,}3861A-0{,}00051606} - 273{,}1, \qquad \text{(А.7.1)}$$

где АЕТ – эквивалентная температура при атмосферном давлении, °С;
T – определенное значение температуры пара, °С.

А.7.3.1.1 Значение A вычисляют по следующим формулам:

$$A = \frac{5{,}143222 - 0{,}972546\,log_{10}P}{2579{,}329 - 95{,}76\,log_{10}P}, \qquad \text{(А.7.2)}$$

где P – рабочее давление, кПа, (при значениях ≥ 0,266 кПа), **или**

$$A = \frac{5{,}994295 - 0{,}972546\,log_{10}P}{2663{,}129 - 95{,}76\,log_{10}P}, \qquad \text{(А.7.3)}$$

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

А.7.3.1.2 Если рабочее давление < 0,266 кПа (< 2 мм рт. ст.), A вычисляют по следующим формулам:

$$A = \frac{5{,}897249 - 0{,}987672\,log_{10}P}{2962{,}909 - 43{,}00\,log_{10}P}, \qquad \text{(А.7.4)}$$

где P – рабочее давление, кПа.

$$A = \frac{6{,}761559 - 0{,}987672\,log_{10}P}{3000{,}538 - 43{,}00\,log_{10}P}, \qquad \text{(А.7.5)}$$

где P – рабочее давление, мм рт. ст.

А.7.3.2 Формулы применяют только для проб с коэффициентом теплопроводности Уотсона K, равным 12,0 ± 0,2. Коэффициент теплопроводности K необходимо принимать равным 12 и не следует учитывать влияние коэффициента теплопроводности, если нет взаимного соглашения.

А.7.3.3 Если необходимо ввести поправку, коэффициент теплопроводности K вычисляют по формуле

$$K = \frac{\sqrt[3]{1{,}8(B+273{,}1)}}{D}, \qquad \text{(А.7.6)}$$

где B – средняя температура кипения, °С;
D – относительная плотность при 15,6/15,6 °С.

[8] Maxwell and Bonnell, *Industrial Engineering Chemistry*, Vol 49, 1957, с. 1187.

А.7.3.3.1 Для определения средней температуры кипения можно использовать температуру пара в средней точке пробы или средней точке перегонки пробы методом газовой хроматографии. В любом случае метод должен быть определен.

А.7.3.3.2 Коэффициент теплопроводности *K* можно рассчитать, используя рисунок А.7.1.

А.7.3.4 Поправку к АЕТ вычисляют по формуле

$$t = -1{,}4[K - 12]\left[log_{10}\left(\frac{P_a}{P_o}\right)\right], \qquad (А.7.7)$$

где t – поправка, °С;

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

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

А.7.3.4.1 Поправку можно рассчитать, используя рисунок А.7.2.

А.8 Пример вычисления показателей точности

А.8.1 Процедура

А.8.1.1 Для заданного объема, полученного при перегонке при определенном давлении (0,13 или 1,3 кПа), вычисляют отношение изменения температуры и объемной доли в процентах по объему собранной жидкости {°С(АЕТ)/V %}.

А.8.1.2 По таблице 2 определяют требуемый показатель точности (сходимость или воспроизводимость). Если отношение °С(АЕТ)/V % при определении показателей точности не является целым числом, применяют метод линейной интерполяции.

А.8.2 ***Пример – Воспроизводимость для 30 % собранной жидкости при давлении 0,13 кПа (1 мм рт. ст.) и значениях АЕТ в °С:***

АЕТ (°С) 40 % 443

АЕТ (°С) 30 % 427

АЕТ (°С) 20 % 409

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

По таблице 2 воспроизводимость при давлении 0,13 кПа (1 мм рт. ст.) для фракций от 5 % до 50 % включительно:

°С/V % от 1,5 = 13

°С/V % от 2,0 = 16

Следовательно, 13 + (0,2/0,5)(16 – 13) = 14,2.

Округленное значение рассчитанной воспроизводимости равно14 °С.

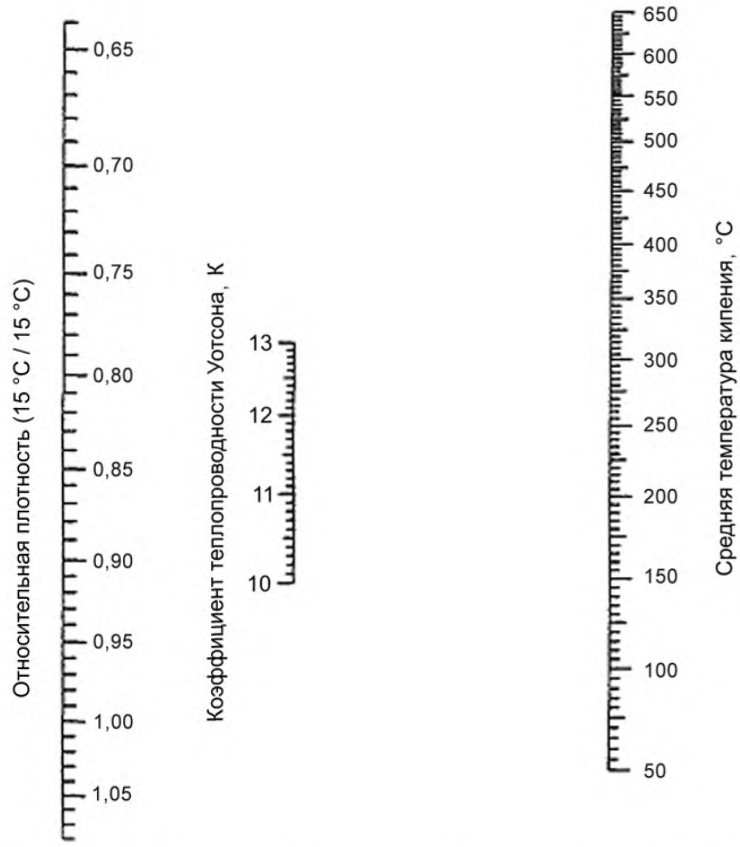


Рисунок А.7.1 – Коэффициент теплопроводности Уотсона для фракций нефтепродуктов

А.9 Перегонка нефтепродуктов при пониженном давлении (автоматическая)

А.9.1 Область применения

Настоящий метод устанавливает метод определения при пониженном давлении температурных пределов кипения нефтепродуктов, которые частично или полностью испаряются при температуре жидкости до 400 °С с использованием автоматического оборудования.

А.9.2 Сущность метода

Пробу перегоняют в автоматической установке для перегонки, условия в которой в точности повторяют условия перегонки, описываемые в ручном методе. По результатам перегонки определяют: начальную точку кипения (IBP), температуру выкипания (FBP) и строят кривую перегонки, устанавливающую зависимость эквивалентной температуры при атмосферном давлении (AET) от объема продукта.

А.9.3 Аппаратура

Автоматическая установка должна включать сборочные единицы, описанные в 6.1. Изготовитель может комплектовать установку дополнительными сборочными единицами, которые не указаны в настоящем стандарте и не являются существенно необходимыми для получения удовлетворительных результатов, но наличие которых при сборке желательно для эффективного использования и удобства эксплуатации установки.

А.9.3.1 Устройство слежения/регистрации для измерения объема жидкости, собранной в приемнике. Устройство должно иметь дискретность отсчета 0,1 мл и погрешность ± 1 мл. Калибровку собранной установки следует выполнять в соответствии с инструкциями изготовителя.

А.9.3.2 Вакуумный манометр, позволяющий измерить абсолютное давление с погрешностью ± 10 Па (± 0,08 мм рт. ст.) при давлении 1 кПа (7,5 мм) и ниже. Вакуумный манометр – это электронная система измерения давления. В диапазоне значений выше 1 кПа погрешность измерения давления должна составлять ±1 %. Электронные мембранные манометры способны измерять давление с такой погрешностью, но их следует правильно калибровать и периодически проверять повторно, как описано в приложении А.3.

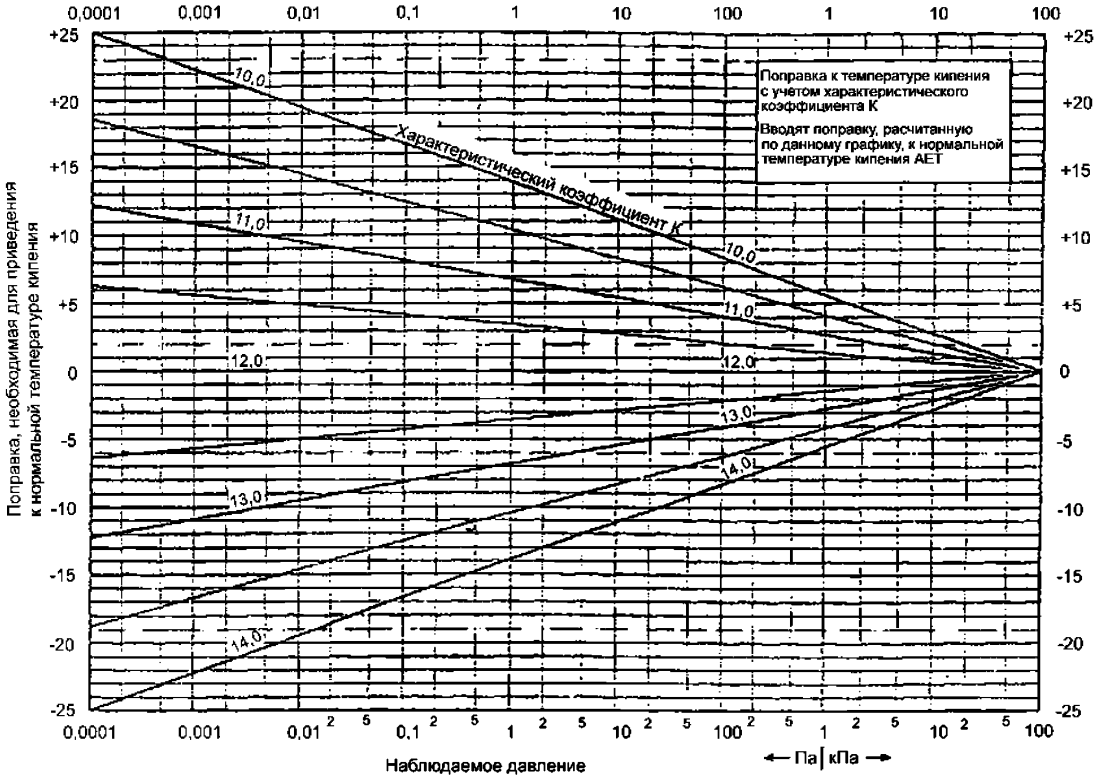


Рисунок А.7.2 – Поправки к температуре кипения с учетом коэффициента теплопроводности *К*

А.9.3.3 Система контроля температуры в камере приемника, способная контролировать температуру в приемнике в диапазоне значений от 32 °С до 78 °С.

А.9.4 Пробы и требования к отбору проб. Требования к пробам и их отбору приведены в разделе 8.

А.9.5 Подготовка установки. Установку подготавливают в соответствии с инструкциями изготовителя.

А.9.6 Проведение испытания

А.9.6.1 Устанавливают температуру хладоносителя в холодильнике, которая не менее чем на 30 °С ниже самой низкой температуры пара, наблюдаемой при испытании. Для перегонки многих продуктов используют хладоноситель с температурой примерно 60 °С.

А.9.6.2 Плотность пробы определяют при температуре приемника ареометром по ASTM D 1298, цифровым плотномером по ASTM D 4052 или с применением математических подпрограмм или таблиц по ASTM D 1250 или их вместе.

А.9.6.3 Используя значение плотности пробы, с точностью до 0,1 г определяют массу 200 мл пробы при температуре приемника. Взвешивают рассчитанное количество нефтепродукта в колбе для перегонки.

А.9.6.4 Смазывают сферические соединения установки для перегонки соответствующей смазкой. Колбу присоединяют к нижнему сферическому соединению дистилляционной головки, устанавливают нагревательный прибор под колбу, устанавливают верхний кожух и присоединяют оставшуюся часть установки с помощью пружинных зажимов для закрепления соединений.

А.9.6.5 Датчик температуры вставляют в измерительный канал для ввода термоэлемента.

А.9.6.6 Устанавливают заданное значение рабочего давления для перегонки (см. примечание 3). Давление должно снижаться постепенно автоматически для предотвращения вспенивания пробы.

А.9.6.7 Устанавливают начальную скорость нагрева заданной величины. Установка должна обеспечивать регулирование подвода тепла таким образом, чтобы дистиллят образовывался с одинаковой скоростью 6 – 8 мл/мин.

А.9.6.8 Удостоверившись, что устройства управления установки отрегулированы в соответствии с инструкциями изготовителя, начинают перегонку.

А.9.6.9 Установка автоматически регистрирует значения начальной точки кипения, температуры выкипания, объемы собранного продукта и соответствующие им истинные температуры и скорости перегонки. Зарегистрированные значения истинных температур автоматически преобразуются в значения АЕТ с помощью программных средств, поставляемых изготовителем. Такое преобразование выполняется по формуле (А.7.1).

А.9.6.10 Если температура жидкости достигает 400 °С или температура пара достигает максимального значения до достижения конечной точки, необходимо выключить оборудование для перегонки и прекратить перегонку. Установка автоматически регистрирует температуру пара и общий объем в процентах собранного продукта в момент прекращения перегонки.

А.9.6.11 После завершения перегонки установка автоматически переходит в режим охлаждения. После того как температура понизится до безопасного предела, обычно 100 °С, давление в установке для перегонки постепенно повышается до атмосферного. Колбу и приемник после этого можно снять для очистки. Если необходимо разобрать установку до того, как ее содержимое охладится до температуры ниже 100 °С, используют сухой азот, чтобы восстановить давление в системе до атмосферного.

А.9.6.12 Установку очищают в соответствии с 10.13.

А.9.6.13 Любой продукт из охлаждаемой ловушки извлекают в соответствии с 10.12.

А.9.7 Точность и отклонение

А.9.7.1 Показатели точности метода испытания с использованием автоматического оборудования определяют согласно разделу 12.

А.9.7.2 Необходимо определять отклонение между ручным и автоматическим методами испытания.

Приложение Х.1
(справочное)

Х.1 Порядок правильного расположения устройства измерения температуры пара

Х.1.1 Вспомогательный инструмент для определения точки перелива представляет собой стержень диаметром 3 мм и длиной около 300 мм. С одного конца часть стержня длиной примерно 25 мм изогнута под углом 90°. Гибкую пластмассовую трубку с внутренним диаметром 2 мм помещают на конец стержня на длину приблизительно 30 мм. Гибкую пластмассовую трубку используют для предотвращения царапанья стеклянных изделий. Длина изгиба зависит от внутреннего диаметра дистилляционной колонки.

Х.1.2 Этот инструмент осторожно перемещают от дна дистилляционной колонки, пока его конец не достигнет уровня отводной трубки для соединения с холодильником. Вершина изогнутой части инструмента должна находиться на одном уровне с нижней внутренней стенкой в месте спая отводной трубки дистилляционной колонки, соединяемой с секцией холодильника в сборе с вакуумной рубашкой. Это и есть точка перелива. Затем шариковой ручкой на одной стороне наружной поверхности дистилляционной колонки делают отметку на уровне расположения конца инструмента. Такую же отметку делают с противоположной стороны дистилляционной колонки. Двумя линейками проверяют расстояние от верха дистилляционной колонки до каждой из двух отметок. Это расстояние должно быть одинаковым. Если расстояния равны, то точка перелива отмечена правильно. Если расстояния не равны, то повторяют процедуру, описанную выше.

Х.1.3 После определения точки перелива, на каждой из двух сторон наружной поверхности колонки делают отметки на (3 ± 1) мм ниже уровня отметок, нанесенных ранее. На отмеченном уровне должен находиться конец расположения термоэлемента. При возможности отметки с двух сторон дистилляционной колонки следует наносить так, чтобы они сохранялись постоянно, и уровень отметок не изменялся до ремонта самой стеклянной колонки.

Х.1.4 Держа дистилляционную колонку так, чтобы можно было смотреть через нее, вставляют термоэлемент, помещенный в наконечник конической формы с резьбой, в дистилляционную колонку. С помощью конического фитинга, находящегося в обычном рабочем положении, регулируют положение термоэлемента, смещая вверх или вниз так, чтобы конец измерительного элемента находился на уровне нижних отметок наружной поверхности колонки. Фиксируют положение наконечника, как только термоэлемент оказывается на нужном уровне. Затем постоянно используемым маркером наносят отметку в месте, где термоэлемент совмещается с верхом наконечника, имеющего резьбу. Такая отметка будет правильной только для данной конкретной дистилляционной колонки, для используемых наконечника с конической резьбой и термоэлемента, и может использоваться для проверки правильности сборки.

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 06.10.2005 Подписано в печать 09.11.2005 Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Печать ризографическая Усл. печ. л. 4,18 Уч.-изд. л. 1,74 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
НП РУП "Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)"
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004
БелГИСС, 220113, г. Минск, ул. Мележа, 3

gost.e-ecolog.ru