ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИДКИЕ НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения механических примесей в средних дистиллятах

СТ РК EN 12662-2011

EN 12662:2008 Liquid petroleum products - Determination of contamination in middle distillates (IDT)

Издание официальное

Настоящий государственный стандарт является идентичным осуществлением европейского стандарта EN 12662:2008 и принят с разрешения CEN, по адресу: B – 1000 Брюссель, пр. Марникс 17

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

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Техническим комитетом по стандартизации № 33 «Нефтегазмаш».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от «12» августа 2011 года № 411-од.

3 Настоящий стандарт идентичен EN 12662:2008 Liquid petroleum products - Determination of contamination in middle distillates (Жидкие нефтепродукты. Метод определения механических примесей в средних дистиллятах).

EN 12662:2008 разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 19 «Газообразные и жидкие топлива, смазочные материалы и относящиеся к ним нефтепродукты синтетического и биологического происхождения».

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

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

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2017 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖИДКИЕ НЕФТЕПРОДУКТЫ
Метод определения механических примесей в средних дистиллятах

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения механических примесей в средних дистиллятах с содержанием метиловых эфиров жирных кислот (FAME) до 5 % (*V/V*), а также дизельного биотоплива [состоящего на 100 % из FAME (*V/V*)]. Данный метод может применяться для определения содержания механических примесей в диапазоне от 6 мг/кг до 30 мг/кг.

ПРИМЕЧАНИЕ Избыточное загрязнение в топливной системе может привести к преждевременному засорению фильтров и (или) отказу оборудования, что не желательно.

Настоящий стандарт распространяется на жидкие нефтепродукты, имеющие кинематическую вязкость, не превышающую 8 мм^2/с при 20 °С или 5 мм^2/с при 40 °С, например дизельное топливо по [1] или легкие нефтяные топлива.

Несмотря на то, что точность метода не была определена, данный метод может также применяться для испытания смесевых нефтепродуктов с содержанием FAME более 5 % (*V/V*) и нефтепродуктов, имеющих вязкость выше указанной.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 В настоящем стандарте для выражения объемной доли в процентах используется символ «% (*V/V*)».

ПРИМЕЧАНИЕ 2 При проведении испытания по методу настоящего стандарта могут использоваться опасные вещества, операции и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за выявление и установление мер по обеспечению техники безопасности и охраны здоровья, а также определение ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

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

EN 14275:2003* Топливо для двигателей внутреннего сгорания. Оценка качества бензина и дизельного топлива. Отбор проб из стационарных автозаправочных станций и промышленных стационарных топливораздаточных колонок.

EN ISO 3170:2004* Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб.

EN ISO 3171:1999* Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов.

ISO 3819:1985* Посуда лабораторная стеклянная. Стаканы.

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

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяется следующий термин с соответствующим определением:

3.1 Механические примеси (contamination): Нерастворимые вещества, осевшие на фильтре после фильтрования в условиях испытания.

4 Сущность метода

Пробу объемом (800 ± 25) мл взвешивают и фильтруют под вакуумом через предварительно взвешенный фильтр. Фильтр с осадком промывают, высушивают и взвешивают. Содержание механических примесей рассчитывают как отношение разности масс фильтра к массе пробы и выражают в миллиграммах на килограмм.

5 Реактивы и материалы

5.1 Гептан со степенью чистоты не менее 99,0 % (*V/V*), профильтрованный через фильтр (мембранный) со средним размером пор 0,45 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается использовать гептан, применяемый в качестве эталонного топлива в методе по EN ISO 5164.

5.2 Пропан-2-ол со степенью чистоты не менее 99,0 % (*V/V*).

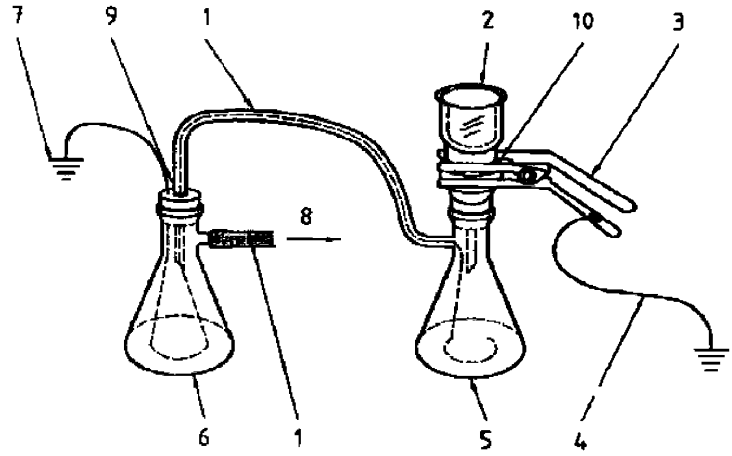
ПРИМЕЧАНИЕ Пропан-2-ол используют для высушивания стеклянной посуды и сосудов для проб после промывания их водой.

6 Аппаратура

Стеклянную лабораторную посуду и сосуды для отбора проб тщательно очищают в соответствии с Разделом 7.

Аппаратура и стеклянная посуда, обычно используемые в лабораториях, а также следующая аппаратура.

6.1 Установка для фильтрования, обеспечивающая возможность использования фильтра (6.2), показанная на Рисунке 1.



1 – вакуумный шланг; 2 – воронка; 3 – зажим; 4 – провод для заземления; 5 – колба-приемник; 6 – предохранительная колба; 7 – лабораторное заземление (рекомендуемое); 8 – к вакуумному насосу; 9 – герметичное соединение трубки, шланга и провода, обеспечиваемое соответствующим уплотнительным материалом; 10 – зажимное приспособление с металлической рукояткой, соединенной с проводом для заземления.

Рисунок 1 – Установка для определения механических примесей

6.2 Фильтры стекловолокнистые, с высокой удерживающей способностью, диаметром 47 или 50 мм и средним размером пор 0,7 мкм.

6.3 Стаканы высокие, вместимостью 1 л, соответствующие требованиям ISO 3819 или его национального эквивалента.

6.4 Сушильный шкаф стационарный (без принудительной циркуляции), взрывобезопасный, обеспечивающий температуру нагрева до (110 ± 5) °С.

6.5 Эксикатор, содержащий свежеактивированный силикагель (или другой осушитель), с индикатором содержания влаги.

6.6 Стеклянные чашки Петри с крышками, диаметром более 50 мм.

6.7 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью отсчета до 0,1 мг.

6.8 Пинцет с закругленными концами, используемый для перемещения фильтра с держателя фильтра в чашку Петри и из чашки Петри на чашу аналитических весов.

6.9 Водяная баня или сушильный шкаф, обеспечивающие поддержание температуры (40 ± 1) °С.

6.10 Промывалка с распылительной насадкой, предназначенная для заполнения гептаном.

6.11 Весы с верхней загрузкой, обеспечивающие взвешивание 1 500 г с точностью отсчета до 0,1 г.

6.12 Источник вакуума, обеспечивающий поддержание абсолютного давления от 2 кПа до 5 кПа.

6.13 Чистые сосуды для проб и сосуды для отбора проб.

7 Подготовка сосудов для проб и аппаратуры

В связи с крайне низким содержанием механических примесей в испытуемом продукте испытание важно проводить в условиях, сводящих к минимуму возможность загрязнения.

7.1 Тщательно очищают в соответствии с 7.2 – 7.7 поверхность сосудов для проб и их укупорочных средств (после удаления всех этикеток, ярлыков и т. д.), сосудов для отбора проб и те участки аппаратуры, которые:

a) могут контактировать с пробой или промывочной жидкостью;

b) могут переносить на фильтр примеси.

7.2 Промывают теплой водой, содержащей водорастворимое моющее средство.

7.3 Тщательно ополаскивают теплой водой.

7.4 Тщательно ополаскивают водой, удерживая снаружи укупорочные средства сосудов чистыми лабораторными (тигельными) щипцами во время первого и последующих ополаскиваний.

7.5 Тщательно ополаскивают пропан-2-олом (5.2).

7.6 Тщательно ополаскивают гептаном (5.1).

7.7 Закрывают сверху сосуд для пробы и воронку собранной установки для фильтрования чистой полимерной пленкой или алюминиевой фольгой, предварительно промытой гептаном (5.1) и высушенной на воздухе.

8 Отбор проб

8.1 Если не указано иное, пробы отбирают в соответствии с требованиями EN ISO 3170, EN ISO 3171, EN 14275 или их национальных эквивалентов.

8.2 Предпочтительным является динамический отбор проб из контура отбора проб в распределительном трубопроводе или из промывного трубопровода автоматического устройства отбора проб в соответствии с EN ISO 3171. Перед отбором проб пробоотборную линию следует промыть топливом.

8.3 При ручном отборе пробы отбирают непосредственно в сосуды для проб.

8.4 Если пробы отбирают только из стационарного резервуара, то отбор проб следует проводить в соответствии с процедурами, приведенными в EN ISO 3170. При этом отобранные пробы перед помещением в подготовленные сосуды не должны находиться в промежуточных сосудах.

8.5 Для отбора и хранения проб следует использовать стеклянные сосуды вместимостью 1 л. Эти сосуды очищают в соответствии с разделом 7. Стеклянные сосуды используют для упрощения визуального контроля однородности проб перед проведением последующего анализа. Обеспечивают минимальное воздействие на пробы солнечных лучей. Следует использовать сосуды из коричневого стекла либо защищать пробы от воздействия солнечных лучей во время транспортирования и хранения. Для упрощения отбора проб из топливозаправочных пистолетов следует использовать бутыли с широким горлом.

8.6 Сосуды для проб заполняют на 80 % – 85 % их вместимости.

9 Подготовка пробы

9.1 Перед открыванием сосуд для пробы и его укупорочное средство ополаскивают снаружи водой и пропан-2-олом (5.2) в соответствии с 7.2 – 7.5 для удаления всех прилипших частиц и предотвращения попадания в испытуемую пробу нежелательных примесей.

9.2 Ослабляют укупорочное средство сосуда для пробы и помещают сосуд вместе с его содержимым в водяную баню или сушильный шкаф (см. 6.9) при температуре 40 °С на 30 – 60 мин для растворения всех отделившихся компонентов.

9.3 Извлекают сосуд для пробы из водяной бани, плотно укупоривают и ополаскивают его снаружи пропан-2-олом. Охлаждают сосуд до комнатной температуры.

9.4 Помещают стакан (см. 6.3) на весы (см. 6.11) и определяют массу.

9.5 Встряхивают сосуд в течение не менее 10 с, совершая один или два маха с амплитудой от 10 см до 25 см в течение секунды. Сосуд переворачивают и продолжают встряхивать в течение не менее 10 с, затем его снова переворачивают и встряхивают в течение не менее 10 с. При наличии видимых примесей, осевших на стенках сосуда, процедуру встряхивания повторяют.

9.6 Сразу же после встряхивания взвешивают в стакане испытуемую порцию пробы объемом (800 ± 25) мл. Записывают массу испытуемой порции пробы m_E.

10 Подготовка аппаратуры

10.1 Подготовка установки для фильтрования

10.1.1 Визуально проверяют снаружи и изнутри чистоту установки для фильтрования (см. 6.1). При наличии загрязнений установку очищают в соответствии с разделом 7.

10.1.2 Соблюдают меры предосторожности и заземляют установку для предотвращения накапливания и разряжения электростатического заряда.

10.1.3 Собирают установку для фильтрования без фильтра и промывают изнутри гептаном (5.1).

10.2 Подготовка фильтра

10.2.1 При выполнении всех операций фильтр (6.2) следует удерживать за край пинцетом (6.8).

10.2.2 Помещают фильтр в чашку Петри (6.6) и устанавливают в сушильный шкаф (6.4) с температурой (110 ± 5) °С не менее чем на 45 мин (во время перемещения в сушильный шкаф чашку Петри накрывают крышкой, которую снимают после установки в сушильном шкафу).

10.2.3 Извлекают чашку Петри с фильтром из сушильного шкафа, накрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе (6.5), расположенном вблизи аналитических весов, в течение 45 мин.

10.2.4 Непосредственно перед испытанием фильтр (6.2) извлекают из чашки Петри и взвешивают на аналитических весах (6.7) с точностью отсчета до 0,1 мг. Записывают полученное значение массы m_1.

10.2.5 Помещают фильтр непосредственно на держатель предварительно очищенной установки и фиксируют воронку с помощью зажима. Смачивают фильтр гептаном. Проверяют отсутствие пузырьков на фильтре и прочно закрепляют его между заземленными поверхностями установки для фильтрования.

11 Проведение испытания

ПРИМЕЧАНИЕ Так как при фильтровании нефтепродуктов могут накапливаться электростатические заряды, установка для фильтрования должна быть заземлена.

11.1 Жидкие нефтепродукты с кинематической вязкостью, не превышающей 8 мм^2/с при 20 °С или 5 мм^2/с при 40 °С

11.1.1 Подготовленную пробу фильтруют через фильтр (6.2) на установке для фильтрования (6.1) под вакуумом с абсолютным давлением от 2 кПа до 5 кПа. Пробу следует переносить в установку для фильтрования небольшими порциями. Фильтр в установке во время переноса пробы не должен подсыхать.

ПРИМЕЧАНИЕ Если в колбе будет происходить вспенивание, необходимо проверить давление. К вспениванию может привести более низкое, чем указано выше, давление.

Если происходит закупоривание фильтра, это указывают в протоколе испытания и записывают объем отфильтрованной пробы.

11.1.2 Используя промывалку (6.10), вымывают при помощи гептана (5.1) на фильтр осадок из стакана. Внутренние стенки и дно стакана аккуратно ополаскивают гептаном и фильтруют промывочную жидкость. Операцию промывки повторяют дважды.

11.1.3 Используя промывалку, промывают внутренние стенки воронки в установке для фильтрования и фильтр гептаном и сушат под вакуумом. Круговыми движениями промывают воронку слабой струей промывочной жидкости. Операцию промывки повторяют еще два раза.

11.1.4 Осторожно извлекают воронку и, используя вакуум, промывают фильтр по периметру с внутренней стороны, направляя слабую струю промывочной жидкости от края к центру. Не допускают смывания частиц с поверхности фильтра. После последней промывки поддерживают вакуум в течение 10 – 15 с или до тех пор, пока вся избыточная промывочная жидкость не будет удалена с фильтра.

11.1.5 Медленно отключают вакуум и при помощи пинцета (6.8) аккуратно снимают фильтр с держателя, помещают его в чашку Петри (см. 10.2) и накрывают крышкой. Ставят чашку Петри с фильтром в сушильный шкаф (6.4), снимают крышку и сушат в течение 45 мин при температуре (110 ± 5) °С. Охлаждают чашку Петри в течение 45 мин в эксикаторе (6.5), расположенном вблизи аналитических весов, накрыв ее крышкой.

11.1.6 Фильтр без чашки Петри взвешивают на аналитических весах (6.7) с точностью отсчета до 0,1 мг. Записывают значение массы m_2.

11.2 Жидкие нефтепродукты с кинематической вязкостью, превышающей 8 мм^2/с при 20 °С или 5 мм^2/с при 40 °С

11.2.1 Пробу массой m_E разбавляют гептаном (5.1) до кинематической вязкости, не превышающей 8 мм^2/с при 20 °С или 5 мм^2/с при 40 °С.

11.2.2 Определение содержания механических примесей проводят в соответствии с 11.1.

ПРИМЕЧАНИЕ Точность метода испытания с проведением данной дополнительной процедуры не установлена.

12 Расчеты

Рассчитывают общее содержание механических примесей как массовую долю W, мг/кг, по Формуле (1):

$$W = \frac{1000 \cdot (m_2 - m_1)}{m_E}, \quad (1)$$

где m_1 – масса фильтра, мг;

m_2 – масса фильтра с осадком, мг;

m_E – масса пробы, г.

13 Выражение результатов

Общее содержание механических примесей выражают как массовую долю W с округлением до 0,1 мг/кг или указывают (в случае закупоривания фильтра), что проба не выдержала испытание, и записывают объем отфильтрованной пробы до закупоривания фильтра, а также диаметр фильтра.

14 Точность метода

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Точность данного метода испытания определена в результате статистической обработки результатов межлабораторных испытаний в соответствии с [2].

ПРИМЕЧАНИЕ 2 В настоящее время межлабораторное исследование рабочих проб с последующим исследованием искусственных проб не завершено, поэтому повторяемость и воспроизводимость окончательно не установлены. Точность метода для средних дистиллятов с содержанием FAME 7 %, 10 % (*V/V*), а также дизельного биотоплива (100 % FAME) будет устанавливаться.

14.1 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить 10 % (отн.).

14.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить 30 % (отн.).

15 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) метод отбора проб (см. Раздел 8);

d) результат испытания (см. Раздел 13);

e) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода;

f) дату испытания.

Приложение Д.А
(информационное)

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

Таблица Д.А - Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам (международным документам)

Обозначение и наименование международного стандарта, международного документа	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ЕН ИСО 3170:2004* Petroleum liquids -- Manual sampling (Нефтяные жидкости. Ручной отбор проб).	IDT	СТ РК ИСО 3170-2006 Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб
ЕН ИСО 3171:1988* Petroleum liquids -- Automatic pipeline sampling (Нефтяные жидкости. Автоматический отбор проб из трубопроводов)	IDT	СТ РК ИСО 3171-2007 Нефтепродукты. Жидкие углеводороды. Автоматический отбор проб из трубопроводов

Библиография

[1] EN 590:2009 Automotive fuels – Diesel – Requirements and test methods (Топливо для двигателей внутреннего сгорания. Топливо дизельное. Требования и методы испытаний).

[2] EN ISO 4259:2006 (ISO 4259:2006) Petroleum products – Determination and precision date in relation to methods of test (Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания).

[3] EN ISO 5164 (ISO 5164:2005) Petroleum products – Determination of knock characteristics of motor fuels – Research method (Нефтепродукты. Определение антидетонационных свойств моторного топлива. Исследовательский метод).

УДК 665.7:543.612(083.74)(476) **МКС** 75.160.20

Ключевые слова: нефтепродукты, средний дистиллят, механические примеси, дизельное топливо, фильтрование, отбор проб, метод определения, условия испытания

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

gost.e-ecolog.ru