МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 13757— 2013

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение содержания маслянистых остатков. Высокотемпературный метод

(ISO 13757:1996, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44-2013)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 13757:1996 Liquefied petroleum gases – Determination of oily residues – High-temperature method (Сжиженные углеводородные газы. Определение маслянистых остатков. Высокотемпературный метод).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 731-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 13757–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ГАЗЫ УГЛЕВОДОРОДНЫЕ СЖИЖЕННЫЕ

Определение содержания маслянистых остатков

Высокотемпературный метод

Liquefied petroleum gases. Determination of oily residues. High-temperature method

Дата введения –2015–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения количества остаточного вещества в сжиженных углеводородных газах, которое получают после выпаривания при температуре 105 °С.

Это вещество, называемое «маслянистые остатки», представляет собой продукты, откладывающиеся в испарителях, которые подвергаются нагреву на входе при температуре выше температуры окружающей среды.

Предупреждение – В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

2.1 Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа:

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытаний)

ISO 4257:1988 Liquefied petroleum gases – Method of sampling (Сжиженные углеводородные газы. Метод отбора проб) [1]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **сжиженный углеводородный газ, СУГ** (liquefied petroleum gas, LPG): Углеводородный газ, который можно хранить и/или транспортировать в жидком состоянии при умеренном давлении и температуре окружающей среды. Он состоит в основном из алканов или алкенов C_3 и C_4 или их смеси, обычно содержит менее 5 % объема жидкого вещества с большим числом атомов углерода и имеет избыточное давление насыщенных паров не более приблизительно 1600 кПа при температуре 40 °С.

4 Сущность метода

Концентрируют определенную массу профильтрованного образца сжиженного углеводородного газа выпариванием. Концентрат переносят с помощью дихлорметана (метиленхлорида) в испарительную колбу и затем выпаривают на роторном испарителе.

Маслянистые вещества, оставшиеся после выпаривания, помещают в сушильный шкаф при температуре 105 °С на 1 ч, затем охлаждают и взвешивают.

5 Реактивы

5.1 Ацетон класса ч. д. а.

5.2 Пероксодисульфат аммония

$(NH_4)_2S_2O_8$, раствор в серной кислоте.

[1] Действует ISO 4257:2001.

Готовят необходимый объем, растворяя 8 г/дм^3 пероксодисульфата аммония в концентрированной серной кислоте чистотой не менее 98 %.

Предупреждение – Серная кислота и пероксодисульфат аммония являются сильными окислителями, поэтому следует избегать контакта с органическими материалами. При любом обращении с ними используют перчатки, защитные очки и фартук из соответствующих материалов.

5.3 Твердая углекислота (сухой лед) для охлаждающей ванны.

5.4 Дихлорметан класса ч.д.а., содержащий менее 4 мг/кг маслянистых остатков после выпаривания при температуре 105 °С.

Примечание – Если при использовании дихлорметана возникают какие-либо проблемы, его можно заменить пентаном того же качества (содержащего менее 4 мг/кг маслянистых остатков при температуре 105 °С). В таком случае процедура не меняется.

Предупреждение – Дихлорметан является раздражителем и при неправильном обращении представляет опасность для здоровья. Выпаривают в вытяжным шкафу.

5.5 Моющие лабораторные вещества [приложение А, перечисление 7)]).

5.6 Вода, соответствующая 3 классу по ISO 3696.

6 Аппаратура

6.1 Баллон из нержавеющей стали с образцом сжиженного углеводородного газа, оснащенный двумя вентилями из нержавеющей стали. Верхний вентиль снабжен трубкой для погружения. Баллон должен выдерживать максимальное рабочее давление 3 МПа, вместимость баллона не менее 3,75 дм^3.

6.2 Опора проходного фильтра для высокого давления из нержавеющей стали [приложение А, перечисление 1)].

6.3 Фильтровальные диски, представляющие собой плоские белые мембраны диаметром 47 мм каждый, изготовленные из смеси целлюлозных эфиров с номинальным размером пор 0,8 мкм [приложение А, перечисление 2)].

6.4 Охлаждающий змеевик, изготовленный из нержавеющей стали навивкой на оправку диаметром около 50 мм трубки длиной 5 м, наружным диаметром 3 мм и внутренним диаметром 2 мм. Змеевик должен быть оснащен необходимыми соединениями [приложение А, перечисление 3)].

6.5 Охлаждающая ванна, состоящая из сосуда Дьюара вместимостью 3 дм^3, на три четверти наполненного соответствующей жидкостью, например охлажденным ацетоном и твердой углекислотой для получения температуры ниже минус 60 °С.

Чтобы быстро получить охлаждающую ванну необходимой температуры, в химический стакан вместимостью 3 дм^3 вводят приблизительно 1 кг твердой углекислоты и медленно вливают ацетон. Переносят охлажденный ацетон в сосуд Дьюара, содержащий около 200 г твердой углекислоты. Повторяют операцию до получения необходимого объема.

Примечание – Охлаждающая ванна может сохранять температуру ниже минус 60 °С в течение нескольких часов.

6.6 Термометр, способный измерять температуру до минус 60 °С с точностью ± 1 °С.

6.7 Пробоотборник из нержавеющей стали, соответствующий требованиям, приведенным в 6.4. Вместимость пробоотборника (включая фильтр, охлаждающий змеевик, трубки) должна быть не более 25 см^3.

6.8 Игольчатые клапаны

6.8.1 Один игольчатый клапан из нержавеющей стали с иглой диаметром 3 мм [приложение А, перечисление 4)].

6.8.2 Один игольчатый клапан V-образного типа из нержавеющей стали с иглой диаметром 3 мм [приложение А, перечисление 4)].

6.9 Лабораторный градуированный неглубокий стеклянный стакан вместимостью 5 дм^3.

6.10 Водяная баня, состоящая из металлического резервуара с размерами приблизительно 300 × 300 × 300 мм, с входным и выходным отверстием для воды, которая может сохранять температуру (15 ± 5) °С или паровая баня, имеющая сопло диаметром от 58 до 62 мм.

6.11 Роторный испаритель любой модели, способный испарять не менее 200 см^3 растворителя из испарительной колбы с притертой горловиной над водяной баней со смягченной водой при температуре (65 ± 5) °С.

Примечание – Водяной холодильник с двойным змеевиком может быть достаточным для прибора, расположенного в вытяжном шкафу; в противном случае необходим охладитель из твердой углекислоты/ацетона [приложение А, перечисление 5)].

6.12 Стеклянная испарительная колба вместимостью 200 см^3, имеющая круглое дно и притертую горловину, снабженная стеклянной пробкой, массой не более 130 г (включая пробку).

6.13 Сушильный шкаф, поддерживающий температуру (105 ± 5) °С.

6.14 Весы

6.14.1 Баллон с образцом взвешивают на весах с пределом взвешивания не менее 10 кг с погрешностью не менее ± 1 г.

6.14.2 Испарительную колбу взвешивают на весах, обеспечивающих взвешивание не менее 160 г с погрешностью не менее ± 0,1 мг.

6.15 Технические перчатки из тонкого ПВХ без обработки тальком, стойкие к дихлорметану.

6.16 Эксикатор без обезвоживающего реактива.

7 Подготовка оборудования

7.1 Новая стеклянная посуда

Перед использованием чистую новую стеклянную посуду погружают в моющее средство (5.5) не менее чем на 12 ч. При разногласиях или при получении недостоверных результатов, стеклянную посуду погружают в раствор пероксодисульфата аммония в серной кислоте (5.2) на 12 ч.

После очистки моющим средством или раствором пероксодисульфата аммония в серной кислоте посуду вынимают, промывают водопроводной водой, а затем водой класса 3 (5.6), используя перчатки (6.15) или пинцет. Перчатки не снимают в течение дальнейшей процедуры испытания. Сушат стеклянную посуду в сушильном шкафу (6.13) в течение 30 мин. Охлаждают в эксикаторе (6.16) в течение не менее 2 ч перед использованием (следят, чтобы при охлаждении пробка не прилипала).

После очистки прибора определяют его массу, взвешивая испарительную колбу (с пробкой) с точностью до 0,1 мг, предварительно откупорив ее на 30 с.

7.2 Использованная стеклянная посуда

Удаляют все следы органических продуктов из использованной стеклянной посуды, тщательно моют ее дихлорметаном (5.4), используя перчатки. Промывают ацетоном (5.1), затем сушат в сушильном шкафу (6.13) в течение 30 мин. Перчатки не снимают в течение дальнейшей процедуры испытания. Тщательно удаляют пары растворителя из испарительной колбы, переворачивая колбу приблизительно на
10 с, или продувая ее азотом. Перед использованием помещают колбу с пробкой и оставшуюся стеклянную посуду в эксикатор (6.16) не менее чем на 2 ч (следят, чтобы при охлаждении пробка не прилипала).

Если стеклянная посуда недостаточно чистая, или при разногласиях, или если получены недостоверные результаты, очищают посуду по 7.1, используя перчатки, удалив сначала органические вещества промыванием дихлорметаном (5.4), затем ацетоном (5.1).

После очистки прибора определяют его массу, взвешивая испарительную колбу (с пробкой) с точностью до 0,1 мг, предварительно откупорив ее на 30 с.

7.3 Трубка для отбора пробы

Трубку для отбора пробы сначала споласкивают дихлорметаном (5.4), затем испытуемым сжиженным углеводородным газом.

8 Проведение испытания

Предостережение – Очень важно работать под взрывобезопасным колпаком или вне помещения, приняв все необходимые меры безопасности, и в особенности необходимо исключить риски для наземного оборудования, связанные со статическим электричеством.

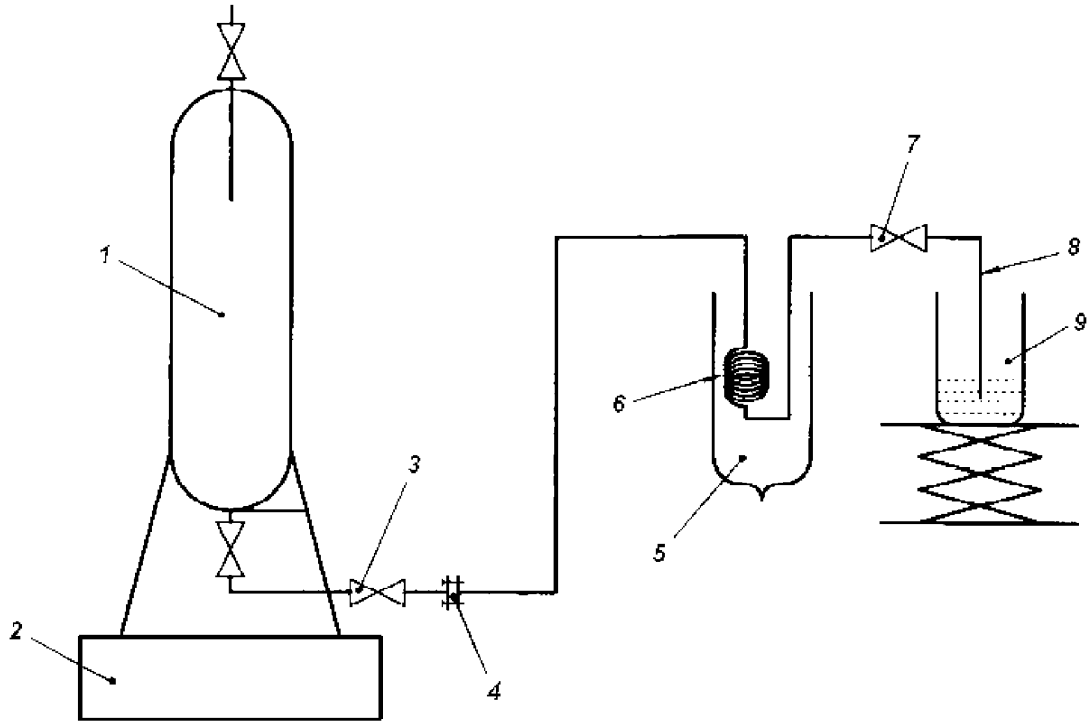
8.1 Процедура отбора проб

Медленно встряхивают баллон с образцом, содержащим анализируемый сжиженный углеводородной газ для перемешивания содержимого, затем переносят от 800 до 1200 г продукта, взвешенного с точностью ± 1 г, в неглубокий стакан вместимостью 5 $дм^3$ в соответствии с процедурой по 8.1.1 и 8.1.2.

8.1.1 Собирают прибор, приведенный на рисунке 1, соединяя нижний клапан баллона с образцом с пробоотборником, в который входят:

- V-образный игольчатый клапан *3*;
- проходной фильтр *4*;
- охлаждающий змеевик *6*, погруженный в ванну *5*, температуру которой (ниже минус 60 °С) проверяется термометром;
- игольчатый клапан *7*;

- сопло в виде гибкой трубки *8* из политетрафторэтилена (ПТФЭ) или из нержавеющей стали, проводящей поток в лабораторный стакан *9*.



1 – баллон с образцом по 6.1; *2* – весы с точностью измерения до 1 г (см. 6.14.1); *3* – V-образный игольчатый клапан, пропускающий сжиженный углеводородной газ в линию (см. 6.8.2); *4* – опора проходного фильтра (см. 6.2 и 6.3); *5* – сосуд Дьюара, заполненный по 6.5; *6* – охлаждающий змеевик из нержавеющей стали (см. 6.4); *7* – игольчатый клапан (см. 6.8.1); *8* – трубка из ПТФЭ, длиной 20 см; *9* – лабораторный неглубокий стакан (6.9) вместимостью 5 дм^3, содержащий 50 см^3 дихлорметана (5.4)

Рисунок 1 – Узел отбора проб

8.1.2 Соединяют пробоотборную линию при закрытых клапанах *3* и *7* с баллоном с образцом, открывают нижний клапан баллона и выполняют следующие операции:

- продувают и заполняют пробоотборную линию анализируемым сжиженным газом, открывая клапан *7*, а затем медленно клапан *3* так, чтобы не повредить фильтр *4*;
- поочередно закрывают клапаны *7* и *3*, затем нижний клапан баллона с образцом;
- отсоединяют баллон с образцом от пробоотборной линии и взвешивают (масса *T*, г);
- вновь подсоединяют баллон с образцом к продутой и заполненной пробоотборной линии;
- устанавливают лабораторный стакан *9*, содержащий 50 дм^3 дихлорметана (5.4) так, чтобы трубка из ПТФЭ погрузилась в дихлорметан;
- открывают нижний клапан баллона с образцом и регулируют игольчатые клапаны *7* и *3* до получения стабильного потока пробы сжиженного газа в лабораторный стакан до тех пор, пока не получат массу приблизительно (1000 ± 200) г;
- закрывают клапаны *7* и *3* и нижний клапан баллона с образцом;
- отсоединяют баллон с образцом от пробоотборной линии и снова взвешивают баллон с образцом (масса *P*, г).

8.1.3 Массу испытуемого образца m_1, г, определяют по формуле

$$m_1 = T - P \quad (1)$$

Примечание – Если весы находятся рядом с местом проведения испытания, можно взвешивать вместе баллон и трубку отбора проб после ее заполнения, затем еще раз после отбора пробы.

8.2 Испарение сжиженного углеводородного газа

Сжиженный углеводородный газ испаряют, погружая химический стакан на глубину 10 мм в водяную баню (6.10) при температуре (15 ± 5) °С или помещая химический стакан в паровую баню (6.10). Температуру водяной бани регулируют циркуляцией воды.

Испарение продолжают до тех пор, пока объем оставшейся жидкости в стакане не будет приблизительно равен объему дихлорметана (5.4), введенного в начале (50 см^3).

8.3 Испарение дихлорметана

Тщательно ополаскивают стенки химического стакана дихлорметаном объемом приблизительно 25 см^3 (5.4) и переносят содержимое в очищенную и предварительно подготовленную (7.2) испарительную колбу (6.12). Ополаскивают химический стакан дихлорметаном объемом 25 см^3 (5.4) и переносят содержимое в колбу. Подсоединяют колбу к роторному испарителю и частично погружают ее в водяную баню со смягченной водой температурой (65 ± 5) °С и выпаривают содержимое до тех пор, пока в колбе не останется несколько кубических сантиметров жидкости. Вынимают колбу из роторного испарителя. Снова тщательно ополаскивают химический стакан дихлорметаном объемом 50 см^3 (5.4) и переносят этот объем в испарительную колбу. Повторяют эту операцию с новой порцией дихлорметана (5.4) объемом 50 см^3 и также собирают этот объем в испарительную колбу. Заменяют колбу на роторном испарителе и испаряют содержимое до тех пор, пока не останется только маслянистый остаток.

При проведении испарения не допускается использовать вакуум.

8.4 Высушивание в сушильном шкафу и взвешивание

Вынимают колбу из роторного испарителя. Ополаскивают наружные стенки ацетоном (5.1). Помещают колбу с горизонтально расположенной горловиной в сушильный шкаф (6.13) на 1 ч (температуру сушильного шкафа контролируют термометром). Поскольку пары дихлорметана тяжелее воздуха, следует убедиться, что они тщательно удалены из испарительной колбы, переворачивая колбу приблизительно на 10 с или продувая колбу азотом.

Помещают колбу с пробкой (следят, чтобы пробка не прилипала во время охлаждения) в эксикатор (6.16) не менее чем на 2 ч, затем взвешивают колбу (с пробкой) с точностью до 0,1 мг, предварительно откупорив ее на 30 с.

За массу маслянистого остатка m_2, полученного при испытании, принимают разность между полученной массой и массой пустой колбы.

8.5 Контрольное испытание

Контрольное испытание выполняют, следуя процедурам по 8.3 и 8.4, взяв 200 см^3 дихлорметана (5.4) от той же партии, которая использовалась при испытании, но без пробы.

Масса маслянистого остатка при контрольном испытании равна m_3.

9 Вычисление

Количество маслянистого остатка пробы сжиженного углеводородного газа, полученное после испарения, E, мг/кг, вычисляют по формуле

$$E = \frac{(m_2 - m_3) \cdot 1000}{m_1}, \qquad (2)$$

где m_2 – масса маслянистого остатка, полученного при испытании, мг (см. 8.4);

m_3 – масса маслянистого остатка, полученного при контрольном испытании, мг (см. 8.5);

m_1 – масса образца сжиженного углеводородного газа, г (см. 8.1.3).

10 Оформление результатов

Результат регистрируют с точностью до 1 мг/кг.

11 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода, установленная при межлабораторных испытаниях образцов сжиженных углеводородных газов, содержащих маслянистые остатки от 70 до 100 мг/кг с применением дихлорметана в качестве растворителя, определенная на основании статистического анализа межлабораторных результатов испытания, следующая.

11.1 Повторяемость, *r*

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных условиях работы на одном и том же

материале при продолжительном времени работы и при нормальном и правильном проведении метода испытания, может превышать значение, указанное ниже, в одном случае из 20:

r = 15 мг/кг.

11.2 Воспроизводимость, *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на одном и том же материале при продолжительном времени работы и при нормальном и правильном проведении метода испытания, может превышать значение, указанное ниже, в одном случае из 20:

R = 50 мг/кг.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;

c) применяемый растворитель;

d) результат испытания в миллиграммах маслянистого остатка на килограмм образца сжиженного углеводородного газа (см. раздел 10);

e) любое отклонение от установленной процедуры испытания;

f) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Доступное в продаже оборудование, пригодное для настоящего испытания

Ниже приведены примеры торговых марок соответствующих продуктов, имеющихся на рынке. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

1) Опора фильтра: No. XX 45 047 00, Millipore Corp., Ashby Road, Bedford, MA 01730, USA;

2) Фильтрующие мембраны: No. AAWP 047 00, Millipore Corp., Ashby Road, Bedford, MA 01730, USA;

3) Трубка из нержавеющей стали (тип 304): ref. 30203 Altech Europe, Begoniastraat 6, B-9731, Nazareth (Eke), Belgium;

4) Вентиль игольчатого типа из нержавеющей стали, тип вентиля: SS-SS 2, Whitey Co., 15635 Saranac Road, Cleveland, OH 44110, USA

5) Вентиль игольчатого типа из нержавеющей стали, тип вентиля:
SS-OVS 2, Whitey Co., 15635 Saranac Road, Cleveland, OH 44110, USA

6) Роторный испаритель: Buchi model EL 130:

7) Лабораторные моющие вещества:

- Extram Flüssig, E. Merck, 6100 Darmstadt 1, PO Box 4119, Germany
- Decontamin, ICI Ltd., Imperial Chemical House, Millbank, 1 ondon SWI, England
- Decon 90, Prolabo 12, rue Pelée, 75011 Paris, France.

Приложение ДА
(справочное)
Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международных стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытаний	–	*
ISO 4257:2001 Сжиженные углеводородные газы. Метод отбора проб	IDT	ГОСТ ISO 4257–2013 Газы углеводородные сжиженные. Метод отбора проб
*Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. Оригинал международного стандарта может быть предоставлен Федеральным информационным фондом технических регламентов и стандартов. Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: IDT – идентичные стандарты.		

УДК 665.725:620.193.47:006.354 МКС 75.060 IDT

Ключевые слова: сжиженные углеводородные газы, маслянистые остатки, высокотемпературный метод

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1725.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru