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, ПОСТАВЛЯЕМЫЕ НА ЭКСПОРТ

Технические условия

ГОСТ 21443—75

Liquefied hydrocarbon gases for export.
Specifications

МКС 75.160.30
ОКП 02 7236 0000

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на сжиженные углеводородные газы (технический пропан, технический бутан и их смесь), поставляемые на экспорт.

Обязательные требования к качеству продукции изложены в разд. 1 и 4.

(Измененная редакция, Изм. № 4, 5, 6).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Сжиженные углеводородные газы должны изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта, по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2. По физико-химическим показателям сжиженные углеводородные газы должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Нормы			Методы испытаний
	Пропан технический ОКП 02 7231 0300	Бутан технический ОКП 02 7233 0600	Смесь пропан-бутан техническая ОКП 02 7236 0300	
1. Массовая доля компонентов, %:				По ГОСТ 10679
метан-этан, не более	2,0	—	4,0	
пропан, не более	—	1,0	—	
не менее	95,0	—	40,0	
сумма бутанов, не более	5,0	—	60,0	
не менее	—	98,0	—	
в том числе: нормальный бутан, не менее	—	96,0	—	
изобутан, не более	—	2,0	—	
непредельные углеводороды, не более	2,0	Отсутствие	2,0	
2. Объемная доля жидкого остатка при 20 °С, %, не более	Отсутствие	2,0	2,0	По п. 2.3
3. Давление насыщенных паров при 45 °С, МПа (кгс/см^2), не более	1,6 (16)	0,6 (6,0)	1,6 (16)	По п. 2.4

gost.e-ecolog.ru

Окончание табл. 1

Наименование показателя	Нормы			Методы испытаний
	Пропан технический ОКП 02 7231 0300	Бутан технический ОКП 02 7233 0600	Смесь пропан-бутан техническая ОКП 02 7236 0300	
4. Массовая доля общей серы (для неодорированного газа), %, не более	0,01	0,005	0,01	По п. 2.5
5. Испытание на медную пластинку (для неодорированного газа)	Выдерживает			По п. 2.6
6. Содержание свободной воды	Отсутствие			По п. 2.3
7. Содержание щелочи	То же			По п. 2.3
8. Массовая доля метанола, %, не более	0,005	0,005	0,005	По п. 2.7

Примечания:

1. Допускается по соглашению с потребителем изменение соотношения пропана и бутана в смеси.
2. Показатель «содержание непредельных углеводородов» при использовании сжиженного углеводородного газа на бытовые нужды не нормируется.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 5).

1.3. Одоризация сжиженного углеводородного газа проводится по соглашению с потребителем.

1а. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

1а.1. Сжиженные газы принимают партиями. За партию принимают любое количество сжиженного газа, однородное по своим показателям качества и оформленное одним документом о качестве.

1а.2. Объем выборок — по ГОСТ 14921.

1а.3. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания новой выборки. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

1а.4. При разногласиях в оценке качества сжиженных углеводородных газов, поставляемых на экспорт, между потребителем и поставщиком арбитражный анализ газа должен выполняться в лабораториях, аккредитованных в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. № 6).

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 14921 со следующим дополнением: при наличии у изготовителя накопительной емкости пробу сжиженного углеводородного газа отбирают из этой емкости.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

2.3. Определение жидкого остатка, свободной воды и щелочи

2.3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Отстойник вместимостью 100 или 500 $см^3$.

Устройство для охлаждения (см. черт. 1), включающее охлаждающий змеевик с игольчатым вентилем и сосуд для охлаждающей смеси.

Охлаждающий змеевик изготовляют из медной трубки (ГОСТ 617) длиной 6 м и наружным диаметром 6—8 мм, навитой виток к витку в виде спирали диаметром 60—90 мм.

Сосуд для охлаждающей смеси с тепловой изоляцией и размерами под охлаждающий змеевик (внутренний диаметр не менее 100 мм, высота не менее 250 мм).

Термометр типа ТН-8 по ГОСТ 400.

Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498 с пределами градуировки от 0 до 100 °С и ценой деления шкалы 1 °С.

Баня водяная для отстойника с температурой (20 ± 1) °С.

Штатив лабораторный для отстойника.

Проволока медная диаметром 1,5—2 мм, длиной 200 или 450 мм (в соответствии с высотой отстойника вместимостью 100 и 500 $см^3$).

Гайка накидная к штуцеру пробоотборника с уплотнительной прокладкой, снабженная металлической или пластиковой трубкой длиной 10—15 см и внутренним диаметром 1—3 мм, служащей для налива сжиженного газа в отстойник.

Индикаторы тимоловый синий водорастворимый, ч. д. а, и эозин-Н, ч. д. а.

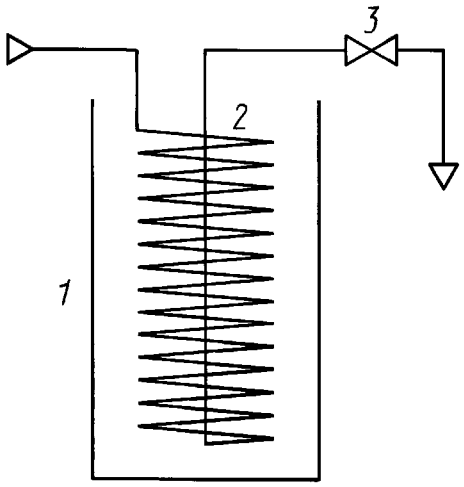
Вата гигроскопическая.

Вода дистиллированная (pH = 5,4—6,6) по ГОСТ 6709.

Смесь охлаждающая, состоящая из крупнокристаллической поваренной соли и льда или ацетона и твердого диоксида углерода, или другие смеси, обеспечивающие требуемую температуру.

Допускается применять аппаратуру и материалы с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также импортные реактивы по квалификации не ниже указанных в стандарте.

Устройство для охлаждения сжиженного углеводородного газа



1 — сосуд для охлаждающей смеси;
2 — змеевик; *3* — игольчатый вентиль

Черт. 1

2.3.2. Проведение испытания

2.3.2.1. На штуцер пробоотборника с испытуемым газом навинчивают накидную гайку с чистой сухой отводной трубкой. Открывая нижний вентиль (у пробоотборника типа ПГО-400 — выпускной вентиль) вертикально расположенного пробоотборника, осторожно наливают сжиженный газ через трубку в чистый сухой отстойник.

При наливе конец трубки удерживают над поверхностью заполняющей жидкости, отстойник наполняют до метки 100 см^3.

2.3.2.2. Затем в горло отстойника вставляют пробку из ваты, через которую пропускают медную проволоку, доходящую приблизительно до середины мерной части отстойника. Проволока способствует равномерному испарению сжиженного газа, а пробка из ваты не пропускает в отстойник влагу из воздуха.

2.3.2.3. После испарения основной массы и прекращения заметного испарения жидкости отстойник помещают в водяную баню с температурой (20 ± 1) °С и выдерживают 20 мин при этой температуре. Измеряют объем остатка с точностью до 0,1 см^3.

2.3.2.4. Если объем жидкого остатка превышает норму, испытание повторяют с вновь отобранной пробой.

При проведении повторных испытаний, а также при разногласиях в оценке качества газа отстойник заполняют сжиженным газом через охлаждающий змеевик. Змеевик устанавливают в сосуд для охлаждающей смеси, охлаждают до температуры на несколько градусов ниже температуры кипения основного компонента пробы и присоединяют к пробоотборнику.

2.3.2.5. Открывая вентили на пробоотборнике и змеевике, промывают змеевик сжиженным газом. Затем отстойник наполняют пробой сжиженного газа, выходящей из змеевика, до метки 100 см^3, не допуская выброса пробы из отстойника. Далее повторяют операцию испарения газа и измерения количества жидкого остатка по пп. 2.3.2.2 и 2.3.2.3.

2.3.2.6. Если в сжиженном газе имеется свободная вода, то после испарения газа она остается на дне и стенках отстойника. При затруднениях в визуальной идентификации свободной воды в жидком остатке ее наличие определяют с помощью водорастворимого красителя. Для этого в отстойник вносят на кончике сухой стеклянной палочки или проволоки несколько кристаллов эозина-Н. Если при контакте с эозином-Н жидкость окрашивается в розово-красный цвет, это подтверждает наличие воды. В углеводородном жидком остатке эозин-Н не растворяется и не дает окрашивания.

2.3.2.7. В жидком остатке может содержаться метанол, который дает такое же окрашивание при проверке красителем, как и свободная вода.

Для дополнительной идентификации свободной воды в этом случае необходимо охладить жидкий остаток до температуры минус 5—10 °С в подходящей охлаждающей смеси. Если в отстойнике образуется лед, констатируют наличие свободной воды, если жидкость не замерзает — свободная вода отсутствует.

2.3.2.8 Наличие щелочи в воде при необходимости проверяют, внося в отстойник с помощью стеклянной палочки несколько кристаллов водорастворимого индикатора тимолового синего. При наличии щелочи индикатор дает синее окрашивание жидкости, при отсутствии щелочи — желтое.

2.3 — 2.3.2.8 **(Измененная редакция, Изм. № 5).**

2.4. Определение давления насыщенных паров

Давление насыщенных паров сжиженных углеводородных газов определяют экспериментальным методом или расчетным методом по ГОСТ 20448 (см. приложение 2).

2.4.1. Аппаратура:

манометр класса точности 0,25 с верхним пределом измерения 2,5 МПа (25 кгс/см^2);

пробоотборник по ГОСТ 14921, типа ПГР-10/2;

термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498, с пределами измерения от 0 до 100 °С, с ценой деления шкалы 0,1 °С;

термостат типа ТС-16 или водяная баня с терморегулятором для поддержания температуры с погрешностью не более 0,1 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

2.4.2. Подготовка к испытанию

Для определения давления насыщенных паров сжиженного газа отбирают пробу по ГОСТ 14921 из жидкой фазы в пробоотборник, снабженный манометром. Пробоотборник должен быть чистым и герметичным.

2.4.3. Проведение испытания

При определении давления насыщенных паров при 45 °С пробоотборник с пробой газа помещают в водяную баню или термостат с температурой (45 ± 0,3) °С и выдерживают при этой температуре 20—30 мин до получения постоянного показания манометра, которое и фиксируют как давление насыщенных паров испытуемого газа при 45 °С.

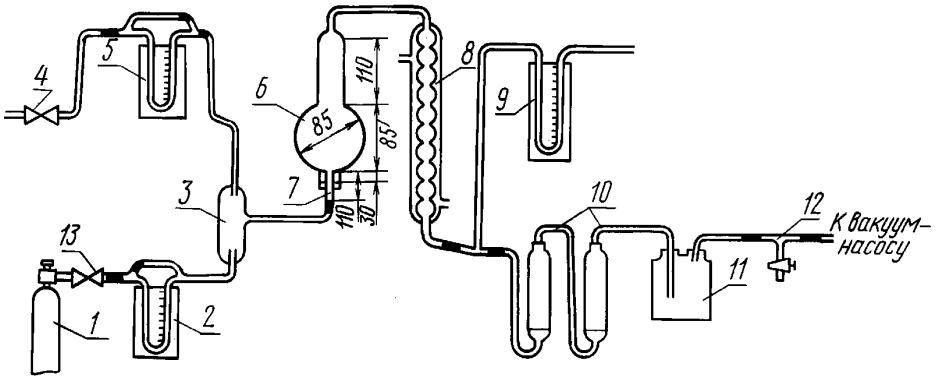
2.4.4. За результат испытания принимают среднеарифметическое двух определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать для бутана 0,025 МПа (0,25 кгс/см^2), пропана и смеси пропан-бутан — 0,06 МПа (0,6 кгс/см^2).

2.5. Определение массовой доли общей серы

2.5.1. Сущность метода определения общей серы заключается в сжигании в специальной горелке навески сжиженного углеводородного газа в присутствии воздуха до двуокиси серы с последующим окислением последней раствором перекиси водорода и титровании образующейся серной кислоты щелочью в присутствии смешанного индикатора.

2.5.2. Аппаратура, реактивы, материалы:

Прибор для определения массовой доли общей серы



1 — пробоотборник; *2, 5* — реометры; *3* — смеситель; *4, 13* — редукционный или игольчатый вентиль; *6, 8* — ламповое стекло с припаянным к нему холодильником; *7* — горелка; *9* — манометр; *10* — поглотители; *11* — предохранительная склянка; *12* — тройник

Черт. 2

прибор (черт. 2), состоящий из пробоотборника типа ПГО по ГОСТ 14921, вместимостью не более 0,05 дм^3, редукционного или игольчатого вентиля, реометра по ГОСТ 9932, смесителя и

горелки, представляющей собой стеклянную трубку из кварцевого стекла с внутренним диаметром 9—10 мм, длиной 200 мм, впаянную в стеклянную пробку (выступающая часть горелки над пробкой составляет 25—30 мм), которая свободно входит в нижнюю часть лампы. Для подачи дополнительного количества воздуха, необходимого для нормального сжигания углеводородов, в пробке имеются четыре отверстия диаметром 3—4 мм, расположенные симметрично на равном расстоянии от горелки (сверху горелка прикрыта медной сеткой для лучшего распределения пламени на поверхности); лампового стекла с холодильником; поглотителей со стеклянными фильтрами; U-образного стеклянного манометра; предохранительной склянки; тройника;

насос стеклянный водоструйный по ГОСТ 25336 или другой насос, создающий разряжение;

колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 500 $см^3$;

бюретки по ГОСТ 29252, вместимостью 5, 10 и 50 $см^3$;

колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 $см^3$;

промывалка стеклянная;

pH-метр типа ЛП-58 или pH-340;

мешалка магнитная;

перекись водорода по ГОСТ 10929, ч. д. а. или х. ч., 3 %-ный раствор;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., 0,01 н. раствор;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299;

индикатор — смесь 1 : 1 метилового красного (индикатора), 0,2 %-ного спиртового раствора и метиленового голубого, 0,1 %-ного спиртового раствора;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

весы лабораторные 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2000 г по ГОСТ 24104*.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.5.3. Подготовка к испытанию

Определение общей серы проводят в хорошо проветренном помещении, защищенном от резких колебаний воздуха. Стеклянные части прибора промывают и ополаскивают дистиллированной водой. В пробоотборник, охлаждаемый смесью льда с солью, отбирают пробу сжиженного газа в количестве 5—20 г, который затем насухо вытирают, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г. Пробоотборник помещают в баню с холодной водой и подключают к прибору для определения содержания общей серы. В поглотители помещают 25 $см^3$ 3 %-ного раствора перекиси водорода. Собранный прибор проверяют на герметичность.

2.5.4. Проведение испытания

Включают вакуум-насос, устанавливают разрежение 100—150 Па (10—15 мм вод. ст.) и отсоединяют горелку от лампы.

Воздух подают из воздухопровода через редукционный вентиль и реометр в смеситель, где он смешивается со сжиженным газом, поступающим через второй реометр. Скорость подачи воздуха 300—400 $дм^3/ч$ и газа 12—15 $дм^3/ч$. Зажигают смесь на выходе из горелки. Регулированием подачи воздуха достигают полного сгорания углеводородов (высота пламени 50—60 мм), далее горелку подставляют под ламповое стекло (верхний конец горелки находится на уровне расширенной части лампового стекла). Разрежение во время сжигания поддерживают 100—150 Па (10—15 мм вод. ст.), сжигание газа проводят полностью. В качестве контрольного опыта проводят сожжение этилового спирта по ГОСТ 19121 в течение времени сожжения сжиженного газа. Через 3—5 мин по окончании горения выключают насос, аппарат разбирают. Содержимое поглотителей осторожно переносят в стакан или колбу для титрования и титруют 0,01 н. раствором гидроокиси натрия на pH-метре (точку эквивалентности определяют графически или расчетным путем) или ручным способом. Контрольную пробу титруют аналогично. При отсутствии pH-метра допускается ручное титрование, для этого в колбу помещают 7—8 капель смешанного индикатора и титруют до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую. Расхождение между результатами титрования контрольной пробы до и после сжигания спирта

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

не должно превышать 0,05 см^3. Более высокое расхождение свидетельствует о загрязненности воздуха серой.

2.5.5. Обработка результатов

Массовую долю общей серы в сжиженном углеводородном газе ($S_{общ}$) в процентах вычисляют по формуле

$$S_{общ} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0{,}00016 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем 0,01 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора в рабочем опыте, см^3;

V_2 — объем 0,01 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте, см^3;

K — поправочный коэффициент к титру 0,01 н. раствора гидроокиси натрия;

0,00016 — масса серы, эквивалентная 1 см^3 0,01 н. раствора гидроокиси натрия;

m — масса сжиженного газа, г.

2.5.6. За результат испытания принимают среднеарифметическое двух определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать: при массовой доле серы 0,005 — 0,01 % ... 10 %, при массовой доле серы 0,01 — 0,1 % ... 5 % относительно наименьшего результата определения.

2.6. Метод испытания на медной пластинке

2.6.1. Сущность метода заключается в воздействии на медную пластинку содержащихся в сжиженных углеводородных газах активных сернистых соединений или свободной серы в условиях, установленных стандартом.

2.6.2. Аппаратура, реактивы, материалы:

аппарат (черт. 3) из нержавеющей стали, прошедший гидравлическое испытание при 7,5 МПа (75 кгс/см^2);

термостат, обеспечивающий постоянную температуру при испытании;

термометр ртутный стеклянный от 0 до 100 °С по ГОСТ 28498, с ценой деления шкалы 0,1 °С;

пластинки по ГОСТ 859 из меди марки М1к или М1 размером (75 ± 1) × (12,5 ± 1) × (2 ± 0,5) мм с отверстием диаметром 3 мм на расстоянии 3 мм от края пластинки. Параметр шероховатости новых пластинок по ГОСТ 2789 не должен быть более Ra = 0,63;

щипцы или пинцет никелированные или из нержавеющей стали;

трубка медная соединительная по ГОСТ 617;

изооктан эталонный по ГОСТ 12433;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;

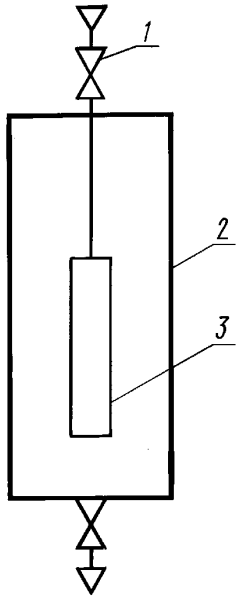
шкурка шлифовальная бумажная по ГОСТ 6456 или шкурка шлифовальная тканевая по ГОСТ 5009;

чашка фарфоровая по ГОСТ 9147;

порошок шлифовальный по ГОСТ 3647.

(Измененная редакция, Изм. № 5).

Аппарат для испытания на медную пластинку



1 — игольчатый вентиль; *2* — корпус; *3* — медная пластинка

Черт. 3

2.6.3. Подготовка к испытанию

Для испытания применяют медные пластинки со свежешлифованной поверхностью. Пластинки шлифуют вдоль обрабатываемой плоскости со всех шести сторон до требуемого класса шероховатости поверхности и ополаскивают спиртом, просушивают на фильтровальной бумаге. Пластинку держат пинцетом или щипцами.

Аппарат для испытания медной пластинки на коррозию очищают металлическими щетками и промывают изооктаном.

2.6.4. Проведение испытания

В чистый аппарат через верхний вентиль вводят 1 см^3 дистиллированной воды при открытом нижнем вентиле для увлажения стенок аппарата. Снимают верхнюю крышку аппарата и на крючок

подвешивают медную пластинку так, чтобы нижний конец ее отстоял от дна аппарата не менее чем на 6 мм. Устанавливают аппарат вертикально, чтобы медная пластинка не коснулась влажной стенки аппарата. Плотно завинчивают верхнюю крышку и закрывают верхний и нижний вентили. Нижний вентиль аппарата соединяют пробоотборником.

Открывают нижний вентиль и вентиль на пробоотборник со сжиженным газом и вводят в прибор сжиженный газ. Для удаления воздуха из прибора открывают верхний вентиль и после заполнения аппарата сжиженным газом последовательно закрывают верхний и нижний вентили, отключают аппарат от пробоотборника с газом. Аппарат выдерживают (60 ± 5) мин при температуре (38 ± 0,3) °С. По окончании испытания аппарат вынимают из термостата, открывают нижний вентиль, удаляют сжиженный газ, выравнивая давление с атмосферным. Сброс газа осуществляют в вытяжном шкафу. Открывают аппарат, вынимают медную пластинку, осматривают ее под углом 45 °С, сравнивают со свежешлифованной пластинкой и устанавливают изменение цвета, наличие налетов и пятен на их поверхности по табл. 2.

Сжиженный газ считается выдержавшим испытание на медную пластинку, если поверхность ее соответствует классу 1 (табл. 2).

Таблица 2

Классификация	Поверхность пластинки	Цвет пластинки
1	Слегка тусклая	От светло-оранжевого до темно-оранжевого
2	Умеренно тусклая	Многоцветная бледно-лилово-голубая или серебристая на латунном или золотом фоне
3	Сильно тусклая	Налет малиново-красного и зеленого цвета без серых оттенков
4	Подвержена коррозии	Черная, темно-серая или коричневая с едва проявляющимся оттенком зеленого

Примечание. Наличие отдельных коричневых пятен на поверхности пластинки от воздействия дистиллированной воды не является браковочным признаком.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.7. Определение массовой доли метанола

2.7.1. Определение основано на разделении метанола и углеводородов методом изотермической газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием и расчетом результатов по площади пика метанола способом абсолютной градуировки.

2.7.2. Аппаратура, реактивы, материалы

2.7.2.1. Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором. Интегратор любого типа.

Испарительная приставка по ГОСТ 10679.

Пробоотборник типа ПУ-50 по ГОСТ 14921.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до 360 °С.

Вакуум-насос масляный или водоструйный.

Сита лабораторные с размером ячеек 0,25 и 0,50 мм.

Шприц медицинский типа «Рекорд» вместимостью 1—2 $см^3$.

Иглы инъекционные размером 0,6 × 40; 0,5 × 16; 0,5 × 20; 0,8 × 38 мм.

Микрошприцы МШ-10.

Колба мерная вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Носитель твердый: полихром-1, фракция 0,25—0,50 мм.

1,2,3-Трис (бета-цианэтокси) пропан для хроматографии, ч. д. а, или бис-2-циан-этиловый эфир. Допускается применение других жидких фаз и твердых носителей, обеспечивающих аналогичное разделение.

Ацетон, ч. д. а.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Вода дистиллированная (pH = 5,4—6,6) по ГОСТ 6709.

Гелий газообразный очищенный.

Водород технический сжатый по ГОСТ 3022.

Воздух сжатый по ГОСТ 17433.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706 с ценой деления 0,1 мм.

Линейка измерительная по ГОСТ 427.

Допускается применять аппаратуру и материалы с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также импортные реактивы по квалификации не ниже указанных в стандарте.

2.7.3. Подготовка к испытанию

2.7.3.1. Для ввода пробы сжиженного газа в хроматограф необходимо оборудовать хроматограф испарительной приставкой по ГОСТ 10679.

2.7.3.2. Приготовление сорбента

Для улучшения механических свойств полихрома-1 необходимо подвергнуть его термической обработке. Для этого порошок полихрома-1 насыпают слоем толщиной 5 мм на отожженный металлический лист и помещают в муфельную печь на подставку так, чтобы лист находился в середине объема печи. Предварительно муфель должен быть нагрет до 330 °С. Через отверстие в дверке в печь вводят ртутный стеклянный термометр со шкалой до 360 °С так, чтобы его шарик соприкасался со слоем порошка, и при температуре 330—332 °С выдерживают полихром-1 в течение 2—3 мин. Затем лист с порошком вынимают из печи и охлаждают на воздухе. После термообработки порошок слегка спекается и его нужно размельчить и протереть через сито 0,5 мм.

На обработанный таким образом полихром-1, смешанный с необработанным в соотношении 1 : 1, наносят методом испарения 1,2,3-трис(бета-цианэтокси) пропан из раствора в ацетоне в количестве 10 % мас. к весу полихрома-1. Для этого полихром-1 и раствор 1,2,3-трис(бета-цианэтокси) пропана в ацетоне помещают в круглодонную колбу (раствор должен покрывать полихром-1).

Колбу помещают в водяную баню или колбонагреватель с температурой 40—50 °С. Содержимое колбы перемешивают и одновременно отдувают испаряющийся ацетон сжатым воздухом до исчезновения запаха ацетона. Затем сорбент помещают в морозильную камеру холодильника, чтобы снизить его электризуемость, а после охлаждения просеивают на ситах 0,25—0,50 мм.

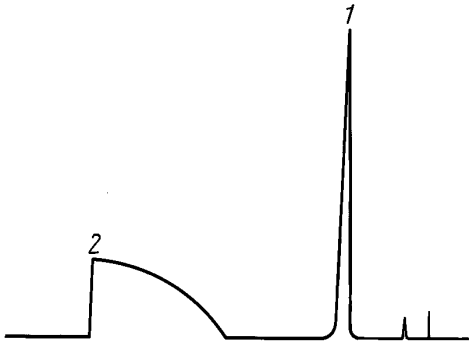
2.7.3.3. Колонку заполняют сорбентом с помощью вакуум-насоса. Колонку с сорбентом кондиционируют в термостате хроматографа в токе газа-носителя при температуре 120 °С не менее 4 ч.

2.7.3.4. Приготовление градуировочного раствора

Раствор готовят в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ с притертой пробкой, добавляя в дистиллированную воду при помощи микрошприца ровно 4 $мм^3$ метанола и доводя объем раствора водой до метки. Полученный раствор после перемешивания содержит $1{,}264 \cdot 10^{-8}$ г метанола в 1 $мм^3$.

Допускается готовить градуировочный раствор с использованием пипеток вместо микрошприца, доводя раствор до указанной концентрации разбавлением.

Хроматограмма градуировочной смеси



1 — метанол; *2* — вода

Черт. 4

2.7.3.5. Градуировка хроматографа

Градуировочный раствор хранят в герметично закрытой склянке в холодильнике. Срок хранения раствора — 1 мес.

Получают три хроматограммы градуировочного раствора при условиях, указанных в п. 2.7.4.2. Образец хроматограммы градуировочного раствора приведен на черт. 4. Вычисляют градуировочный коэффициент (K), г/$мм^2 \cdot$ А, по формуле

$$K = \frac{7{,}58 \cdot 10^{-8}}{m_{гр} \cdot S_{гр}},$$

где $7{,}58 \cdot 10^{-8}$ — масса метанола в 6 $мм^3$ градуировочного раствора, г;

$m_{гр}$ — предел измерения электрометра, А;

$S_{гр}$ — усредненная площадь пиков метанола, $мм^2$.

Примечание. При проведении анализов градуировочный коэффициент определяют ежедневно. После ремонта хроматографа, смены колонок, изменения расходов газов градуировку проводят заново.

2.7.4. Проведение испытания

2.7.4.1. Ввод пробы в хроматограф

Пробу газа вводят в испаритель хроматографа медицинским шприцом через испарительную приставку в соответствии с ГОСТ 10679 (п. 3.1). Расход газа через приставку устанавливают 6—12 дм^3/ч.

Допускается вводить в хроматограф пробу бутана и изобутана без испарительной приставки, производя испарение жидкофазной пробы из охлажденного до температуры от 0 до минус 20 °С пробоотборника непосредственно в шприц, подогретый до 30—40 °С.

2.7.4.2. На хроматографе ЛХМ-80 анализ проводят при следующих условиях:

Длина колонки, м	3
Внутренний диаметр колонки, мм	3
Сорбент	10 % (по массе) 1,2,3-трис(бета-циан-этокси) пропана на полихроме-1 (0,25—0,50 мм)
Температура колонки, °С:	60—70
испарителя	100—150
детектора	150
Расход газа-носителя (гелий, азот), дм^3/ч	2,1—2,4
водорода	1,2
воздуха	12
Объем пробы, см^3	0,3—0,5
Объем градуировочного раствора, мм^3	6,0
Скорость диаграммы, мм/ч	240—600

2.7.4.3. Последовательность выхода компонентов: сумма углеводородов C_1—C_5, метанол, бензол. Образец хроматограммы пробы н-бутана приведен на черт. 5. Предел измерения электрометра при записи суммы углеводородов $50 \cdot 10^{-8}$ А, при записи метанола $20 \cdot 10^{-12}$ А, $X_м$ = 0,0020 % мас.

2.7.5. Обработка результатов

Массовую долю метанола $X_м$, %, в газе вычисляют по формуле

$$X_м = \frac{S_м \cdot m \cdot K \cdot 100}{V \cdot \rho},$$

где $S_м$ — площадь пика метанола, мм^2;

m — предел измерения электрометра, А;

K — градуировочный коэффициент, г/мм^2 · А;

V — объем дозы газа, см^3;

ρ — плотность газа при стандартных условиях, г/см^3.

Результат вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух определений.

2.7.6. Точность метода

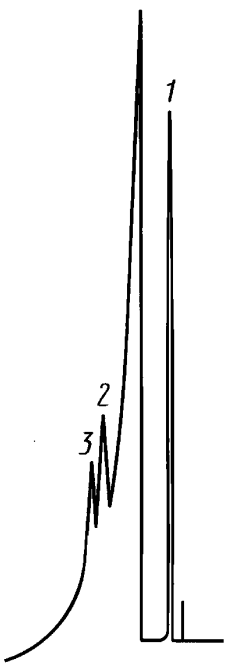
2.7.6.1. Сходимость метода

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля метанола, %	Сходимость метода, %	Массовая доля метанола, %	Сходимость метода, %
0,0010	0,0002	0,0050	0,0012
0,0020	0,0004	0,0070	0,0017
0,0030	0,0006	0,0100	0,0024

Хроматограмма н-бутана



1 — сумма углеводородов;
2 — метанол; *3* — бензол

Черт. 5

2.7.7. Поверка хроматографа

2.7.7.1. Поверка хроматографа — по ГОСТ 8.485.

2.7.7.2. Дрейф и уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, амплитуду выходного сигнала определяют или как для универсального прибора по условиям ГОСТ 8.485 или в условиях выполнения данной методики.

2.7.7.3. Стабильность градуировочной характеристики определяют по градуировочной смеси, приготовленной по п. 2.7.3.4.

Получают 10 хроматограмм градуировочной смеси при тех же условиях, при которых проводилась градуировка хроматографа по п. 2.7.3.5.

2.7.7.4. Высота пиков метанола (амплитуда выходного сигнала) при выбранном масштабе записи должна быть не менее 40 мм.

2.7.7.5. Вычисляют относительное изменение выходного сигнала A по формуле

$$A = \left[\frac{\overline{S} - S_{гр}}{S_{гр}}\right] \cdot 100\ \%,$$

где $\overline{S}$ — среднее значение площади пика метанола, полученное при проведении поверки;

$S_{гр}$ — среднее значение площади пика метанола, найденное при предыдущей градуировке хроматографа по п. 2.7.3.5.

Значение A не должно превышать 15 %.

2.7—2.7.7.5. **(Измененная редакция, Изм. № 5).**

3. МАРКИРОВКА, УПАКОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

3.1. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение сжиженных углеводородных газов — по ГОСТ 1510 со следующим дополнением: газы транспортируют в автомобильных цистернах и других емкостях, предназначенных для транспортирования и хранения сжиженных газов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. Сжиженные углеводородные газы пожаро- и взрывоопасны, токсичны, имеют специфический характерный запах. Пары сжиженного газа, обладая плотностью больше плотности воздуха, при отсутствии интенсивного движения воздуха могут скапливаться в низких и непроветриваемых местах.

4.2. Пары сжиженных углеводородных газов образуют с воздухом взрывоопасные смеси, объемная доля при 98066 Па (1 ат) и 15—20 °С в пределах: пропан . . . 2,4—9,5 %, бутан . . . 1,7—9,0 %.

4.3. Температура воспламенения пропана в воздухе при давлении 0,1 МПа (760 мм рт. ст.) составляет 510 °С, бутана . . . 490 °С.

4.4. Температура самовоспламенения пропана в воздухе при давлении 0,1 МПа (760 мм рт. ст.) составляет 466 °С, бутана . . . 405 °С.

4.5. Предельно допустимая концентрация паров сжиженных углеводородных газов предельного характера в воздухе составляет 300 мг/м^3, непредельного характера — 100 мг/м^3.

4.6. Резервуары должны быть заполнены сжиженным углеводородным газом не более чем на 85 % объема резервуара.

4.7. Сжиженные газы, попадая на тело человека, вызывают обморожение, напоминающее ожог. Индивидуальными средствами защиты являются противогаз марки БКФ с коробкой защитного цвета.

4.8. При выполнении работ по заполнению и сливу емкостей, цистерн и баллонов сжиженным углеводородным газом, а также при хранении и транспортировании должны соблюдаться основные требования:

а) запрещается применение открытого огня;

б) искусственное освещение должно быть выполнено во взрывобезопасном исполнении;

в) емкости, коммуникации, насосные агрегаты должны быть герметичными;

г) все работы должны проводиться инструментами, не дающими при ударе искру.

4.9. Все помещения должны быть оборудованы принудительной приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей 10-кратный воздухообмен в 1 ч. В производственных помещениях и на открытых площадках должен производиться периодический анализ воздуха на содержание в нем углеводородов.

4.10. При загорании применяют пенные, углекислотные огнетушители, песок и асбестовое полотно.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.12.75 № 4091**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.485—83	2.7.7.1	ГОСТ 9932—75	2.5.2
ГОСТ 400—80	2.3.1	ГОСТ 10679—76	1.2, 2.7.2.1, 2.7.3.1, 2.7.4.1
ГОСТ 427—75	2.7.2.1, 2.7.7.2	ГОСТ 10929—76	2.5.2
ГОСТ 617—90	2.3.1, 2.6.2	ГОСТ 12026—76	2.6.2
ГОСТ 859—2001	2.6.2	ГОСТ 12433—83	2.6.2
ГОСТ 1510—84	3.1	ГОСТ 14921—78	1а.2, 2.1, 2.4.1, 2.4.2,
ГОСТ 1770—74	2.5.2, 2.7.1, 2.7.2.1		2.5.2, 2.7.2.1
ГОСТ 2789—73	2.6.2	ГОСТ 17299—78	2.5.2, 2.6.2, 2.7.1
ГОСТ 3022—80	2.7.2.1	ГОСТ 17433—80	2.7.2.1
ГОСТ 3647—80	2.6.2	ГОСТ 18300—87	2.5.2, 2.6.2, 2.7.1
ГОСТ 4328—77	2.5.2	ГОСТ 19121—73	2.5.4
ГОСТ 5009—82	2.6.2	ГОСТ 20448—90	2.4
ГОСТ 5556—81	2.6.2	ГОСТ 24104—88	2.5.2
ГОСТ 6456—82	2.6.2	ГОСТ 25336—82	2.5.2
ГОСТ 6709—72	2.3.1, 2.5.2, 2.6.2, 2.7.2.1	ГОСТ 25706—83	2.7.2.1
ГОСТ 6995—77	2.7.2.1	ГОСТ 28498—90	2.3.1, 2.4.1, 2.6.2
ГОСТ 9147—80	2.6.2		

Изменение № 6 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12 октября 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, 4, 5, 6, утвержденными в августе 1979 г., апреле 1982 г., марте 1985 г., июне 1988 г., декабре 1990 г., марте 1996 г. (ИУС 9—79, 7—82, 6—85, 9—88, 3—91, 6—96)**

gost.e-ecolog.ru