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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33157—
2014

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения давления насыщенных паров (мини-метод)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46)

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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 490-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33157—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 5191—13 «Стандартный метод определения давления паров нефтепродуктов (мини-метод)» [«Standard test method for vapor pressure of petroleum products (mini method)», IDT].

Стандарт разработан комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за метод несет подкомитет D02.08 «Летучесть».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартиформ, оформление, 2015, 2019



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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Термины, определения и сокращения	2
4 Сущность метода	3
5 Назначение и применение	3
6 Аппаратура	3
7 Реактивы и материалы	4
8 Отбор проб	5
9 Подготовка аппаратуры	8
10 Калибровка	8
11 Проверка рабочих характеристик прибора	9
12 Проверка образца контроля качества (QC)	9
13 Проведение испытаний	9
14 Вычисления	10
15 Протокол испытаний	10
16 Прецизионность и смещение	10
Приложения X (справочные)	13
X1 Информация по межлабораторным испытаниям, выполненным в 2003 г., включая анализы по ASTM D 5191 и ASTM D 6378	13
X2 Указания и рекомендации по подготовке, хранению и отбору образцов контроля качества (QC)	13
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам	14

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения давления насыщенных паров (мини-метод)

Petroleum products. Test method for vapor pressure of petroleum products (mini method)

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего давления насыщенных паров в нефтепродуктах, содержащих воздух, низкокипящих, жидких нефтепродуктах, в т. ч. моторных топливах с оксигенатами или без них (см. примечание 1), предназначенных для двигателей с искровым зажиганием, с использованием автоматических вакуумных аппаратов. Настоящий стандарт можно применять для испытания образцов с температурой кипения выше 0 °С (32 °F), давлением насыщенных паров от 7 до 130 кПа (от 1,0 до 18,6 psi) при температуре 37,8 °С (100 °F) и соотношением паровой и жидкой фаз 4 : 1. Определение проводят на жидком образце объемом от 1 до 10 см³. Растворенную в образце воду не учитывают.

Примечание 1 — В 2008 г. были проведены межлабораторные исследования в 11 лабораториях, которые представили 15 наборов результатов испытаний 15 разных образцов смесей этанольного топлива, содержащего 25 % об., 50 % об. и 75 % об. этанола. Результаты подтвердили соответствие пределов повторяемости испытанных образцов повторяемости настоящего метода испытания. Поэтому настоящий стандарт можно применять для испытания смесей этанольного топлива, например Ed75 и Ed85 (ASTM D 5798), и других смесей этанольного топлива с содержанием этанола более 10 % об.¹⁾

Примечание 2 — Образцы также можно испытывать при других соотношениях паровой и жидкой фаз, температурах и давлениях, но в этих случаях не применяют установленные в настоящем стандарте показатели прецизионности и отклонения.

Примечание 3 — В межлабораторных исследованиях по определению прецизионности, выполненных в 1988, 1991 и 2003 гг., использовались образцы, не содержащие сырую нефть. Однако установлено, что для определения давления насыщенных паров сырых нефтей можно применять ASTM D 6377 и IP 481.

1.1.1 В некоторых смесях бензина с оксигенатами при охлаждении до температуры 0 °С — 1 °С может появиться помутнение. О наблюдаемом помутнении (см. 8.5) следует указать при записи результатов. Для таких образцов показатели прецизионности и смещение не установлены (см. примечание 15).

1.2 Настоящий метод можно применять для вычисления эквивалентного давления сухих паров (DVPE) бензина и смесей бензина с оксигенатами, используя корреляционную формулу (1) по 14.2. При испытании материала по ASTM D 4953 и вычислении DVPE для этого же материала получают близкие значения.

1.3 Значения в единицах системы СИ следует считать стандартными, в скобках для информации приведены единицы системы «фунт-дюйм».

1.4 **Предупреждение** — Ртуть является опасным веществом, оказывающим негативное воздействие на центральную нервную систему, почки и печень. Ртуть или ее пары опасны для здоровья и коррозионно-агрессивны к материалам. Следует соблюдать осторожность при работе с ртутью и содержащими ее продуктами.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение

¹⁾ Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1694.

соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Специальные указания по технике безопасности приведены в 7.2—7.8.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)¹⁾.

2.1 Стандарты ASTM

ASTM D 2892, Test method for distillation of crude petroleum (15-theoretical plate column) [Метод определения фракционного состава сырой нефти (колонка с 15 теоретическими тарелками)]

ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4953, Test method for vapor pressure of gasoline and gasoline-oxygenate blends (dry method) [Метод определения давления паров бензина и смесей бензина с оксигенатами (сухой метод)]

ASTM D 5798, Specification for ethanol fuel blends for flexible-fuel automotive spark-ignition engines (Спецификация на этанольное топливо для автомобильных двигателей с искровым зажиганием с гибким выбором топлива)

ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения статистических процедур обеспечения качества для оценки работы аналитических измерительных систем)

ASTM D 6377, Test method for determination of vapor pressure of crude oil: VPCR_x (expansion method) [Метод определения давления паров сырой нефти: VPCR_x (метод расширения)]

ASTM D 6378, Test method for determination of vapor pressure (VP_x) of petroleum products, hydrocarbons, and hydrocarbons-oxygenate mixtures (triple expansion method) [Метод определения давления паров (VP_x) нефтепродуктов, углеводородов и смесей оксигенатов с углеводородами (метод тройного расширения)]

ASTM D 7717, Practice for preparing volumetric blends of denatured fuel ethanol and gasoline blendstocks for laboratory analysis (Практика приготовления объемных смесей денатурированного топливного этанола с базовым бензином для лабораторного анализа)

2.2 Стандарт IP

IP 481, Test method for determination of the air saturated vapour pressure (ASVP) of crude oil [Метод определения давления насыщенных паров (ASVP) сырой нефти]²⁾

3 Термины, определения и сокращения

В настоящем стандарте использованы следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 Определения

3.1.1 **этанольное топливо Ed75-Ed85** (fuel ethanol Ed75-Ed85): Смесь этанола и углеводородов, содержащая 75 % об. — 85 % об. денатурированного топливного этанола.

3.2 Определение терминов, характерных для настоящего стандарта

3.2.1 **абсолютное давление паров** (absolute vapor pressure): Давление паров образца, не содержащего воздух. Его вычисляют вычитанием парциального давления растворенного воздуха из общего давления паров образца.

3.2.2 **эквивалентное давление сухих паров (DVPE)** [dry vapor pressure equivalent (DVPE)]: Давление, вычисленное по корреляционной формуле (1) с использованием общего давления паров.

¹⁾ Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM website, www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM_service@astm.org, а также в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

²⁾ Доступен в Институте энергетики Великобритании, 61 New Cavendish St., London, W1G 7AR, UK.

3.2.2.1 Пояснение

Предполагают, что DVPE является эквивалентным значению давления, полученному при испытании образца по ASTM D 4953 (метод А).

3.2.3 **общее давление паров (P_{tot})** [total vapor pressure (P_{tot})]: Сумма парциальных давлений образца и растворенного в нем воздуха.

3.3 Сокращения

3.3.1 DVPE — эквивалентное давление сухих паров.

3.3.2 P_{tot} — общее давление паров.

4 Сущность метода

4.1 Установленный объем охлажденного, насыщенного воздухом образца вводят в термостатируемую вакуумную испытательную камеру или испытательную камеру с подвижным поршнем, объем которой увеличивается в результате перемещения поршня при введении образца. Внутренний объем камеры должен в пять раз превышать общий объем образца. После введения образца в испытательную камеру его выдерживают до достижения температуры испытания 37,8 °С (100 °F). Повышение давления в камере измеряют с помощью датчика преобразования давления и индикатора. В настоящем методе используют только измерение общего давления (суммы парциального давления образца и парциального давления растворенного в нем воздуха), хотя некоторые приборы могут также измерять абсолютное давление, создаваемое только парами образца.

4.2 По корреляционной формуле (1) измеренное общее давление преобразуют в эквивалентное давление сухих паров (DVPE).

5 Назначение и применение

5.1 Давление насыщенных паров является важным физическим свойством летучих жидкостей.

5.2 Значение давления насыщенных паров бензина и смесей бензина с оксигенатами регламентировано разными документами.

5.3 В спецификациях на летучие нефтепродукты обычно указывают предельные значения давления насыщенных паров.

5.4 Прецизионность настоящего метода испытания выше прецизионности метода по ASTM D 4953. Испытания проводят на небольшом объеме образца (от 1 до 10 см³) примерно в течение 7 мин.

6 Аппаратура

6.1 Аппарат для определения давления насыщенных паров

Можно использовать аппарат с испытательной камерой небольшого объема, включающий датчик для измерения давления и оборудование для термостатического контроля температуры и вакуумирования испытательной камеры перед вводом образца или камеры с подвижным поршнем, объем которой увеличивается после введения образца.

6.1.1 Испытательная камера должна вмещать от 5 до 50 см³ жидкости и пара и обеспечивать поддержание соотношения паровой и жидкой фаз от 3,95:1,00 до 4,05:1,00.

Примечание 4 — При определении прецизионности и смещения использовались испытательные камеры из нержавеющей стали, алюминия или латуни.

Примечание 5 — Можно использовать камеры вместимостью более 15 см³, но при этом не применяют показатели прецизионности и смещения, установленные в настоящем стандарте (см. раздел 16).

6.1.2 Датчик измерения давления должен обеспечивать рабочий диапазон от 0 до 177 кПа (от 0 до 25,7 psi) с разрешением не менее 0,1 кПа (0,01 psi) и точностью не менее ± 0,8 кПа (± 0,12 psi). Система измерения давления должна быть оборудована соответствующими электронными и считывающими устройствами для отображения показания общего давления.

6.1.3 Для поддержания в испытательной камере температуры (37,8 ± 0,1) °С [(100,0 ± 0,2) °F] при измерении давления насыщенных паров следует использовать нагреватель с терморегулятором.

6.1.4 Для обеспечения измерения температуры испытательной камеры с разрешением до 0,1 °С (0,2 °F) и точностью до 0,1 °С (0,2 °F) следует использовать платиновый термометр сопротивления.

6.1.5 Аппарат для определения давления насыщенных паров должен быть оборудован устройствами для ввода образца в вакуумированную испытательную камеру или в испытательную камеру с подвижным поршнем и для очистки или продувки камеры до или после проведения испытаний.

6.2 Вакуумный насос, обеспечивающий снижение давления в испытательной камере до абсолютного давления менее 0,01 кПа (0,001 psi).

6.3 Газонепроницаемый шприц (дополнительное оборудование в зависимости от устройства ввода образца, используемого в приборе) вместимостью от 1 до 20 см³ с точностью не менее $\pm 1\%$ и прецизионностью не менее $\pm 1\%$. При использовании шприца для измерения объема образца его вместимость не должна превышать двукратный объем вводимого образца.

6.4 Охлаждающая баня, холодильник или воздушная баня для охлаждения образцов и шприца до температуры от 0 °С до 1 °С (от 32 °F до 34 °F).

6.5 Устройство для измерения давления, обеспечивающее измерение давления на метеорологической станции с точностью не менее 0,20 кПа (0,03 psi) на такой же высоте над уровнем моря, как и аппарат в лаборатории.

6.5.1 Если для измерения давления не используют ртутный барометр, для обеспечения точности, установленной в 6.5, необходимо периодически выполнять калибровку устройства для измерения давления в соответствии с национальным стандартом.

6.6 Вакуумметр Мак-Леода или калиброванное электронное устройство для измерения вакуума в диапазоне от 0,01 до 0,67 кПа (от 0,1 до 5,0 мм рт. ст.). Калибровку электронного устройства для измерения вакуума необходимо регулярно проверять по ASTM D 2892 (приложение А.6.3).

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов

Для проверки рабочих характеристик прибора (см. раздел 11) используют химические препараты с чистотой не менее 99 %. Если нет других указаний, используемые реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества.¹⁾ Можно использовать реактивы другой квалификации, если чистота реактива не снижает точность результатов определения.

7.1.1 Для проверки рабочих характеристик прибора можно использовать указанные в 7.3, 7.4, 7.7 и 7.8 химические реактивы (смешанные с пентаном по массе) на основе эталонных топлив, которые анализировали в межлабораторных исследованиях, выполненных в 2003 г.²⁾ (см. таблицу 1). Эти эталонные топлива не применяют для калибровки прибора. В таблице 1 приведены принятые эталонные значения (ARV) с предельными отклонениями, а также диапазон испытаний эталонных топлив.

Примечание 6 — В межлабораторных исследованиях, выполненных в 2003 г.,²⁾ анализировали контрольные жидкости, входящие в состав 28 наборов данных из 29 по ASTM D 5191 (число наборов данных указано в скобках): 2,2-диметилбутан (18), циклопентан (5), пентан (2), 2,3-диметилбутан (1), 3-метилпентан (1) и метанол (1).

Таблица 1 — Принятое эталонное значение ARV и диапазон испытания эталонных топлив

Эталонное топливо	ARV ($P_{\text{исп}}$), кПа	Предельное отклонение в соответствии с рекомендацией изготовителя прибора, кПа	Диапазон испытания ($P_{\text{исп}}$), кПа
Смесь пентана и толуола 44,0/56,0 (по массе)	70,0 \pm 0,2	\pm 1,0	70,0 \pm 1,2 (68,8—71,2)
Пентан	112,8 \pm 0,2	\pm 1,0	112,8 \pm 1,2 (111,6—114,0)

¹⁾ Химические реактивы спецификации Американского химического общества, Американское химическое общество, Вашингтон, округ Колумбия. Предложения по испытанию реактивов, не указанных Американским химическим обществом, см. в Ежегодных стандартах на лабораторные реактивы, BDH Ltd., Пул, гр. Дорсет, Великобритания, и Фармакопее США и Национальном формуляре, США Конвенции по фармакопее, Inc (USPC), Роквилл, штат Мэриленд.

²⁾ Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1619.

Окончание таблицы 1

Эталонное топливо	ARV (P_{401}), кПа	Предельное отклонение в соответствии с рекомендацией изготовителя прибора, кПа	Диапазон испытания (P_{401}), кПа
2,2-Диметилбутан	74,1 ± 0,2	± 1,0	74,1 ± 1,2 (72,9—75,3)
2,3-Диметилбутан	57,1 ± 0,2	± 1,0	57,1 ± 1,2 (55,9—58,3)
Смесь пентана и толуола 44,0/56,0 (по массе)	10,15 ± 0,03	± 0,14	10,15 ± 0,17 (9,98—10,32)
Пентан	16,36 ± 0,03	± 0,14	16,36 ± 0,17 (16,19—16,53)
2,2-Диметилбутан	10,75 ± 0,03	± 0,14	10,75 ± 0,17 (10,58—10,92)
2,3-Диметилбутан	8,28 ± 0,03	± 0,14	8,28 ± 0,17 (8,11—8,45)

7.2 Циклопентан (**Предупреждение** — Легковоспламеняющаяся жидкость. Опасна для здоровья).

7.3 2,2-Диметилбутан (**Предупреждение** — Легковоспламеняющаяся жидкость. Опасна для здоровья).

7.4 2,3-Диметилбутан (**Предупреждение** — Легковоспламеняющаяся жидкость. Опасна для здоровья).

7.5 Метанол (**Предупреждение** — Легковоспламеняющаяся жидкость. Опасна для здоровья).

7.6 2-Метилпентан (**Предупреждение** — Легковоспламеняющаяся жидкость. Опасна для здоровья).

7.7 Пентан (**Предупреждение** — Легковоспламеняющаяся жидкость. Опасна для здоровья).

7.8 Толуол (**Предупреждение** — Легковоспламеняющаяся жидкость. Опасна для здоровья).

8 Отбор проб

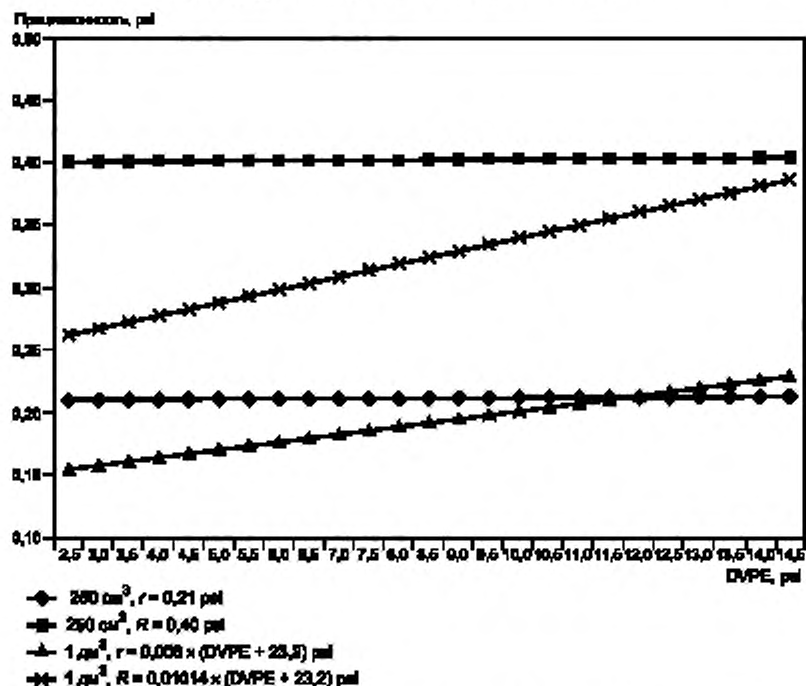
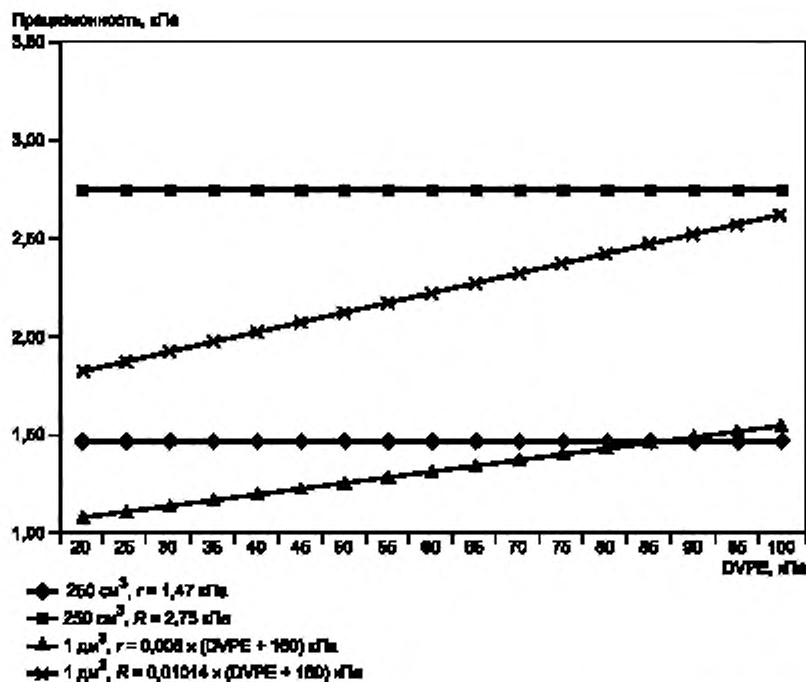
8.1 Общие требования

8.1.1 Следует соблюдать меры предосторожности при отборе проб и работе с ними для предотвращения потерь за счет испарения, которое приводит к изменению состава образца и изменению давления насыщенных паров.

8.1.2 Отбирают пробы по ASTM D 4057, при этом не используют методику отбора с помощью вытеснения водой для топлив, содержащих оксигенаты. Используют контейнер вместимостью 250 см³ или 1 дм³, который заполняют образцом на 70 % об. — 80 % об. Рекомендуется использовать контейнеры вместимостью 1 дм³ для получения лучшей прецизионности (воспроизводимости) испытания.

Примечание 7 — Прецизионность получена по результатам анализа межлабораторных исследований, выполненных в 2003 г. с использованием образцов, отобранных в прозрачные стеклянные контейнеры вместимостью 250 см³ и 1 дм³. Можно использовать для образцов контейнеры другой вместимости, как указано в ASTM D 4057 с учетом требования к свободному объему в контейнере, если установлено, что это может оказать влияние на прецизионность. Расхождение прецизионности, полученной при использовании контейнеров вместимостью 250 см³ и 1 дм³, является статистически значимым, хотя статистически значимого смещения между контейнерами вместимостью 250 см³ и 1 дм³ не наблюдалось. Более подробные данные расхождения прецизионности в зависимости от значения DVPE и вместимости контейнера приведены в разделе 16, а также на рисунках 1 и 2. Более приемлемые значения повторяемости были установлены при значениях DVPE < 8,5 кПа (12,3 psi) для образцов в контейнерах вместимостью 1 дм³ по сравнению с контейнерами вместимостью 250 см³. Для полного диапазона DVPE, указанного в 16.1.2, более приемлемые значения воспроизводимости были получены для образцов в контейнерах вместимостью 1 дм³ по сравнению с контейнерами вместимостью 250 см³.

8.1.3 Для проведения испытаний, в т. ч. определения давления насыщенных паров, на соответствие требованиям спецификаций и/или правил может потребоваться приготовление лабораторных смесей из базового бензина и денатурированного этанольного топлива вручную. При этом для выполнения настоящего испытания используют образец смеси, приготовленный вручную в соответствии с процедурой по ASTM D 7717. Эту смесь, приготовленную в лаборатории вручную, рассматривают как эквивалентную образцу по 8.1.4—8.5, а также в других разделах настоящего стандарта.



8.1.4 Давление насыщенных паров определяют на первом отобранном из контейнера образце. Не используют оставшуюся пробу для повторного определения давления насыщенных паров. Если необходимо повторное определение, отбирают новый образец.

Примечание 8 — При межлабораторных исследованиях, выполненных в 2003 г., оценивалось влияние отбора более одного испытуемого образца из одного и того же контейнера. Определяли влияние на прецизионность при отборе повторных образцов из контейнеров вместимостью как 1 дм³, так и 250 см³. Прецизионность установлена по результатам межлабораторных исследований, выполненных в 2003 г., с использованием первого отобранного из прозрачных стеклянных контейнеров вместимостью 250 см³ и 1 дм³ образца.

8.1.5 Перед проведением испытаний образцы защищают от воздействия высоких температур. При этом их хранят в охлаждающей бане или холодильнике.

8.1.6 Не испытывают образцы, которые хранились в негерметичных контейнерах. При наличии утечек образец бракуют и отбирают новый.

8.2 Температура образцов при отборе

Перед открытием контейнера с образцом его вместе с содержимым охлаждают в охлаждающей бане или в холодильнике до температуры от 0 °С до 1 °С (от 32 °F до 34 °F). Выдерживают достаточное время для достижения этой температуры.

Примечание 9 — Проверяют температуру образца, измеряя температуру аналогичной жидкости в аналогичном контейнере, помещенном в охлаждающую баню или холодильник одновременно с испытуемым образцом. В лабораториях установлено минимальное время, необходимое для достижения температуры по 8.2, по результатам анализа типичных температур анализируемых образцов и производительности используемого лабораторией охлаждающего оборудования. Результаты таких исследований затем использовали для дополнительных образцов, предоставляемых для анализа. Типичные минимальные значения времени, зарегистрированные лабораториями, находились в диапазоне примерно от 30 до 45 мин, однако лаборатории, выбирающие эту процедуру, должны самостоятельно определить минимальное время охлаждения, требуемое для их рабочих условий, по результатам собственного исследования мониторинга температуры.

8.3 Проверка заполнения контейнера для образца

После достижения образцом температуры от 0 °С до 1 °С удаляют контейнер из охлаждающей бани или холодильника и вытирают насухо впитывающим материалом. Открывают непрозрачный контейнер и с помощью соответствующего измерительного прибора проверяют его заполнение образцом на 70 % — 80 % (см. примечание 10). Проверяют заполнение прозрачного стеклянного контейнера образцом на 70 % — 80 %, используя соответствующие средства (см. примечание 10).

8.3.1 Если контейнер заполнен менее чем на 70 % вместимости, образец бракуют.

8.3.2 Если контейнер заполнен более чем на 80 % вместимости, удаляют часть образца для того, чтобы содержимое контейнера составляло от 70 % до 80 % его вместимости. После удаления не доливают образец в контейнер.

8.3.3 При необходимости контейнер с образцом снова герметично закрывают и устанавливают в охлаждающую баню или холодильник.

Примечание 10 — Объем заполнения непрозрачных контейнеров образцом на 70 % — 80 % проверяют измерительной рейкой с маркировкой на 70 % — 80 % вместимости контейнера. Измерительная рейка должна быть изготовлена из материала, позволяющего визуально определять смоченную область после погружения и извлечения рейки из образца. Для подтверждения объема заполнения контейнера измерительную рейку вставляют в емкость с образцом до касания дна контейнера под прямым углом, затем ее удаляют из контейнера. Для прозрачных контейнеров можно использовать маркированную линейку или сравнивать контейнер с образцом с идентичным контейнером, имеющим маркировку, соответствующую уровню заполнения на 70 % и 80 %.

8.4 насыщение образца воздухом в контейнере

8.4.1 Прозрачные контейнеры

Поскольку в соответствии с 8.3 для проверки заполнения контейнера образцом его не открывают, необходимо на короткое время открыть контейнер, а затем закрыть колпачком для подготовки образцов таким же образом, как в непрозрачных контейнерах.

8.4.2 После достижения образцом температуры от 0 °С до 1 °С удаляют контейнер из охлаждающей бани или холодильника и вытирают насухо впитывающим материалом. Затем, принимая соответствующие меры предосторожности для предотвращения попадания воды, открывают на короткое

время контейнер, потом закрывают колпачком и энергично встряхивают контейнер. Устанавливают контейнер в охлаждающую баню или холодильник не менее чем на 2 мин.

8.4.3 Повторяют процедуру по 8.4.2 еще 2 раза. До проведения испытания хранят образец в охлаждающей бане или холодильнике.

8.5 Проверка однородности образцов

После отбора испытуемого образца и ввода его в аппарат для анализа проверяют оставшийся образец на фазовое разделение. Образец в прозрачном контейнере проверяют до переноса образца. Образец, находящийся в непрозрачном контейнере, тщательно перемешивают и сразу заливают порцию образца в прозрачный стеклянный контейнер для проверки на фазовое разделение. Необходимо четко различать помутнение и разделение образца на две фазы. Помутнение не следует рассматривать как основание для отбраковки топлива. Если наблюдают вторую фазу, испытание признают неудовлетворительным, а образец бракуют. Образцы с помутнением можно анализировать (см. раздел 15).

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Аппарат готовят к работе в соответствии с инструкциями изготовителя.

9.2 Если для вакуумирования используют вакуумный насос, то перед вводом образца визуально по дисплею определяют стабильность давления в испытательной камере, которое не должно превышать 0,1 кПа (0,01 psi). Если давление нестабильное или превышает указанное значение, проверяют камеру на наличие летучих веществ от предыдущего образца или проверяют калибровку датчика.

9.3 Если для ввода образца используют шприц, перед вводом образца его охлаждают в холодильнике или охлаждающей бане до температуры от 0 °С до 1 °С (от 32 °F до 34 °F). При охлаждении герметично закрывают выходное отверстие шприца для предотвращения попадания воды в резервуар шприца.

10 Калибровка

10.1 Датчик давления

10.1.1 Выполняют калибровку датчика давления в соответствии с разделом 11 и выполняют проверку контроля качества (см. раздел 12). Проверяют калибровку датчика с использованием двух контрольных точек: нулевое давление (< 0,1 кПа) и атмосферное барометрическое давление.

Примечание 11 — Периодичность калибровки датчика давления зависит от типа прибора и частоты его использования. Проверку калибровки датчика давления рекомендуется выполнять один раз в 6 мес.

10.1.2 Вакуумметр Мак-Леода или калиброванное электронное устройство для измерения уровня вакуума соединяют с источником вакуума на линии с испытательной камерой (см. примечание 12). Вакуумируют испытательную камеру. При давлении менее 0,1 кПа (0,8 мм рт. ст.) устанавливают датчик на нуль или на фактическое показание на устройстве измерения вакуума в соответствии с конструкцией прибора или инструкциями изготовителя.

Примечание 12 — Подробное описание процедур калибровки электронных устройств для измерения вакуума и соответствующего технического обслуживания вакуумметров Мак-Леода изложено в ASTM D 2892 (см. А, 6.3).

10.1.3 Открывают испытательную камеру аппарата и регистрируют значение давления на датчике. Проверяют установку аппарата для отображения на дисплее общего давления (но не вычисленного или скорректированного значения). Значение давления сравнивают со значением, полученным на устройстве для измерения давления, используемым в качестве сравнительного стандарта давления. Если единицы давления (например, кПа, мм рт. ст. и т. д.) на используемом устройстве для измерения давления и на дисплее аппарата для определения давления насыщенных паров разные, для сравнения значений давления используют соответствующий коэффициент, преобразующий значения давления в одни единицы. При сравнении значений давления устройство для измерения давления должно измерять давление на метеорологической станции на такой высоте над уровнем моря, как и аппарат в лаборатории.

Предупреждение — Многие anerоидные барометры, например барометры, используемые на метеорологических станциях и в аэропортах, предварительно корректируют для получения показаний на уровне моря. Такие барометры не должны использоваться для калибровки аппарата.

10.1.3.1 Для ртутных барометров, используемых для измерения давления, показание барометрического давления должно корректироваться с учетом изменения плотности ртутного столба в диапазоне от 0 °С до рабочей температуры испытания и преобразовываться в такие же единицы давления, как единицы давления, отображаемые на дисплее аппарата для определения давления.

10.1.4 Повторяют процедуры по 10.1.2. и 10.1.3, пока показания нуля и барометрического давления не будут правильно отображаться без дополнительных регулировок.

10.2 Термометр

Проверяют калибровку платинового термометра сопротивления, используемого для контроля температуры испытательной камеры не менее одного раза в 6 мес., по проверенному термометру, например термометру, проверенному Национальным институтом стандартов и технологий (NIST).

11 Проверка рабочих характеристик прибора

11.1 После калибровки ежедневно проверяют рабочие характеристики прибора. Для чистых соединений (см. 7.1) и смесей, приготовленных из чистых соединений, из одного и того же контейнера в течение определенного времени можно отбирать несколько образцов при условии, что образец насыщается воздухом в соответствии с процедурой, приведенной в 8.4, а отобранные образцы полностью или частично не используются повторно. В таблице 1 приведено принятое эталонное значение (ARV) и пределы неопределенности (не менее 95 % доверительного интервала) эталонных жидкостей, которые анализировались в межлабораторных исследованиях в 2003 г. Принятое эталонное значение ARV основано на измеренном общем давлении паров P_{tot} . Эта информация вместе с рекомендуемым изготовителями аппарата значением предельного отклонения использовалась для установления допустимого диапазона испытаний эталонных жидкостей для проверки рабочих характеристик прибора.

Примечание 13 — В межлабораторных исследованиях в 2003 г. определяли влияние объема нефтепродукта в предоставляемых участникам исследований контейнерах вместимостью 250 см³ с эталонной жидкостью на прецизионность и смещение при повторных испытаниях из одного и того же контейнера. Было установлено, что для трех из четырех эталонных жидкостей не отмечалось статистически значимого влияния на прецизионность и отклонение. Для нефтепродуктов со значениями DVPE > 100 кПа, например для пентана, прецизионность ухудшается при уменьшении объема жидкости в контейнере. При использовании пентана рекомендуется, чтобы контейнер был заполнен образцом не менее 50 %.

11.2 Значения, полученные в пределах допустимого диапазона испытаний в таблице 1, указывают, что прибор работает на уровне, который предполагается допустимым по настоящему стандарту. При получении значений вне допустимого диапазона испытаний проверяют качество чистого (ых) соединения(ний) и повторно выполняют калибровку прибора (см. раздел 10).

12 Проверка образца контроля качества (QC)

12.1 После проверки рабочих характеристик работы прибора испытывают образец контроля качества (QC), который является представительным образцом топлива (топлив), регулярно испытываемых в лаборатории, для подтверждения, что прибор находится в пределах статистического контроля в соответствии с требованиями ASTM D 6299.

12.2 Полученное значение DVPE сравнивают с критериями принятия решения для статистического контроля. Если установлено, что результат не соответствует критериям принятия решения для статистического контроля, анализируют основные причины несоответствия.

12.3 Сохраняют образец QC при условиях, соответствующих долгосрочному хранению без снижения свойств образца. Указания и рекомендации по подготовке, хранению и отбору образцов QC для использования при проведении испытаний приведены в приложении X2.

13 Проведение испытаний

13.1 Удаляют образец из охлаждающей бани или холодильника, насухо вытирают снаружи контейнер впитывающим материалом, открывают контейнер и вставляют охлажденную трубку для переноса или шприц (см. 9.3). Отбирают аликвоту образца, не содержащую пузырьков воздуха, в газонепроницаемый шприц или трубку для переноса и по возможности быстро вводят его в испытательную камеру.

Время от момента открытия охлажденного контейнера с образцом до установки/закрепления шприца в герметичной испытательной камере не должно превышать 1 мин.

13.2 Следуют инструкциям изготовителя по вводу образца в испытательную камеру и эксплуатации прибора для получения результата испытаний общего давления насыщенных паров для образца.

13.3 Устанавливают прибор для показания результата в единицах общего давления насыщенных паров. Если прибор обеспечивает вычисление значения эквивалентного давления сухих паров, необходимо убедиться, что используются только параметры, указанные в 14.2.

14 Вычисления

14.1 Регистрируют показание общего давления насыщенных паров с точностью до 0,1 кПа (0,01 psi). Для приборов, которые автоматически не регистрируют значение стабильного давления, каждую минуту вручную регистрируют показание индикатора давления с точностью до 0,1 кПа. Если отклонение между тремя последовательными показаниями не превышает 0,1 кПа, результат регистрируют с точностью до 0,1 кПа (0,01 psi).

14.2 Вычисляют DVPE, кПа (psi) по формуле (1). Используемое в формуле (1) показание прибора должно соответствовать общему давлению, и его не корректируют на автоматически программируемый поправочный коэффициент

$$DVPE = (0,965X) - A, \quad (1)$$

где X — измеренное общее давление насыщенных паров, кПа (psi);
 $A = 3,78$ кПа (или 0,548 psi).

Примечание 14 — Корреляционная формула была получена по результатам совместной программы 1988 г.¹⁾ и подтверждена при межлабораторных исследованиях в 1991 г.²⁾

14.3 Вычисление DVPE по формуле (1) может выполняться прибором автоматически, если такая функция предусмотрена конструкцией прибора, при этом пользователь не применяет дополнительные поправки.

15 Протокол испытаний

15.1 Записывают значение DVPE с точностью до 0,1 кПа (0,01 psi) без указания температуры и объем используемого контейнера (250 см³ или 1 дм³).

15.2 При обнаружении помутнения образца (см. 8.5) результат испытания записывают по 15.1 и далее указывают букву Н.

Примечание 15 — Для образцов с помутнением показателя прецизионности и смещения не установлены, поскольку эти типы образцов не оценивались в межлабораторных исследованиях.

Примечание 16 — Буква Н (см. 15.2) предупреждает получателя данных о помутнении анализируемого образца. Если компьютерная система в лаборатории не обеспечивает регистрацию буквенно-цифровых результатов в соответствии с требованиями 15.2, допускается записывать результат по 15.1 с примечанием, содержащим информацию о помутнении анализируемого образца.

16 Прецизионность и смещение³⁾

16.1 Прецизионность метода испытания установлена по результатам анализа межлабораторных исследований, выполненных в 2003 г. Дополнительная информация по количеству и характеристикам образцов и приборов приведена в X1.1 и X1.3.

¹⁾ Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1280.

²⁾ Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1286.

³⁾ Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1619.

16.1.1 Повторяемость r

Расхождение между результатами повторных испытаний, полученными одним и тем же оператором или, возможно, разными операторами, на одной и той же аппаратуре в лаборатории при использовании идентичных испытуемых образцов, отбираемых из отдельных контейнеров вместимостью 250 см³ и 1 дм³, при постоянных рабочих условиях в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении испытания, может превышать постоянное значение, полученное при использовании контейнеров вместимостью 250 см³, или значение, вычисленное для контейнеров вместимостью 1 дм³, только в одном случае из двадцати на номинальном диапазоне DVPE от 17,5 до 102,5 кПа (от 2,5 до 14,9 psi).

Вместимость контейнера	Повторяемость, r
250 см ³ 1 дм ³	1,47 кПа (0,21 psi) 0,006 (DVPE + B)

где DVPE — значение, вычисленное по формуле (1), кПа (psi);
B = 160 кПа (23,2 psi).

16.1.2 Воспроизводимость R

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале, отбираемом из контейнеров вместимостью 250 см³ или 1 дм³, в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении испытания, может превышать постоянное значение, полученное при использовании контейнеров вместимостью 250 см³, или значение, вычисленное для контейнеров вместимостью 1 дм³, только в одном случае из двадцати на номинальном диапазоне DVPE от 17,5 до 102,5 кПа (от 2,5 до 14,9 psi):

Вместимость контейнера	Воспроизводимость, R
250 см ³ 1 дм ³	2,75 кПа (0,40 psi) 0,01014 (DVPE + B)

где DVPE — значение, вычисленное по формуле (1), кПа (psi);
B = 160 кПа (23,2 psi).

16.1.3 Прецизионность для номинальных значений DVPE по 16.1.1 и 16.1.2 приведена в таблице 2 и на рисунках 1 и 2.

Таблица 2 — Значения повторяемости и воспроизводимости для номинальных значений DVPE

DVPE, кПа	Контейнер вместимостью 250 см ³		Контейнер вместимостью 1 дм ³		DVPE, psi	Контейнер вместимостью 250 см ³		Контейнер вместимостью 1 дм ³	
	r , кПа	R , кПа	r , кПа	R , кПа		r , psi	R , psi	r , psi	R , psi
20,0	1,47	2,75	1,08	1,83	2,50	0,21	0,40	0,15	0,26
25,0	1,47	2,75	1,11	1,88	3,00	0,21	0,40	0,16	0,27
30,0	1,47	2,75	1,14	1,93	3,50	0,21	0,40	0,16	0,27
35,0	1,47	2,75	1,17	1,98	4,00	0,21	0,40	0,16	0,28
40,0	1,47	2,75	1,20	2,03	4,50	0,21	0,40	0,17	0,28
45,0	1,47	2,75	1,23	2,08	5,00	0,21	0,40	0,17	0,29
50,0	1,47	2,75	1,26	2,13	5,50	0,21	0,40	0,17	0,29
55,0	1,47	2,75	1,29	2,18	6,00	0,21	0,40	0,18	0,30
60,0	1,47	2,75	1,32	2,23	6,50	0,21	0,40	0,18	0,30
65,0	1,47	2,75	1,35	2,28	7,00	0,21	0,40	0,18	0,31

Окончание таблицы 2

DVPE, кПа	Контейнер емкостью 250 см ³		Контейнер емкостью 1 дм ³		DVPE, psi	Контейнер емкостью 250 см ³		Контейнер емкостью 1 дм ³	
	г, кПа	R, кПа	г, кПа	R, кПа		г, psi	R, psi	г, psi	R, psi
70,0	1,47	2,75	1,38	2,33	7,50	0,21	0,40	0,18	0,31
75,0	1,47	2,75	1,41	2,38	8,00	0,21	0,40	0,19	0,32
80,0	1,47	2,75	1,44	2,43	8,50	0,21	0,40	0,19	0,32
85,0	1,47	2,75	1,47	2,48	9,00	0,21	0,40	0,19	0,33
90,0	1,47	2,75	1,50	2,54	9,50	0,21	0,40	0,20	0,33
95,0	1,47	2,75	1,53	2,59	10,00	0,21	0,40	0,20	0,34
100,0	1,47	2,75	1,56	2,64	10,50	0,21	0,40	0,20	0,34
					11,00	0,21	0,40	0,21	0,35
					11,50	0,21	0,40	0,21	0,35
					12,00	0,21	0,40	0,21	0,36
					12,50	0,21	0,40	0,21	0,36
					13,00	0,21	0,40	0,22	0,37
					13,50	0,21	0,40	0,22	0,37
					14,00	0,21	0,40	0,22	0,38
					14,50	0,21	0,40	0,23	0,38

16.2 Смещение

Смещение не установлено, поскольку отсутствует принятый эталонный материал, пригодный для определения смещения настоящего метода испытаний.

16.3 Относительное смещение

В программе межлабораторных исследований, выполненных в 1991 г., отмечалось статистически значимое относительное смещение между общим давлением, полученным по настоящему методу испытания, и давлением сухих паров, полученным по ASTM D 4953 (метод А). Это смещение корректируют по формуле (1) (см. 14.2) при вычислении значения DVPE исходя их общего давления насыщенных паров.

В программе межлабораторных исследований, выполненных в 2003 г., не было зарегистрировано смещение между результатами, полученными в контейнерах емкостью 250 см³ и 1 дм³.

Приложения X
(справочные)

**X1 Информация по межлабораторным испытаниям, выполненным в 2003 г.,
включая анализы по ASTM D 5191 и ASTM D 6378**

X1.1 Образцы

X1.1.1 Участники анализировали произвольно составленные наборы образцов, составленные из зашифрованных дубликатов и реплик из одного и того же контейнера, 20 типов углеводородов и смесей оксигенатов с углеводородом, содержащихся в контейнерах вместимостью 250 см³ и 1 дм³ (т. е. 20 образцов × 2 дубликата × 2 вместимости контейнера × 2 реплики/контейнер = 160 анализов/набор данных). 20 типов образцов включали шесть традиционных бензинов (с добавлением этанола и без), пять реформулированных бензинов (RFG), содержащих МТБЭ или этанол, шесть бензинов CARB (два без оксигенатов, два с МТБЭ и два с этанолом), один авиационный бензин (avgas), один JP4 и один конденсат. Общее давление насыщенных паров образцов по формуле (1) настоящего стандарта колебалось в пределах приблизительно от 22 до 110 кПа (от 3,2 до 16,0 psi), которое соответствует приблизительно диапазону DVPE от 17,5 до 102,5 кПа (от 2,5 до 14,9 psi).

X1.2 Эталонные топлива

X1.2.1 Участники исследования анализировали четыре зашифрованные смеси эталонных топлив (44,0 % масс./56,0 % масс.) из пентана/толуола, пентана, 2,2-диметилбутана и 2,3-диметилбутана по четыре образца, действуя по протоколу, направленному в лабораторию, включающему исследование возможного влияния на результаты испытания степени наполнения контейнера продуктами. Исследовали эталонные топлива в прозрачных стеклянных контейнерах вместимостью 250 см³.

X1.3 Типы приборов и оцененные наборы данных — по ASTM D 5191.

X1.3.1 Получено всего 29 наборов от 27 лабораторий, анализировавших образцы по ASTM D 5191 на одном или нескольких следующих четырех типов приборов (вместе с некоторым количеством наборов данных, предоставленных поставщиком и/или с моделью, приведенной в круглых скобках): Grabner VP (9), Grabner VPS (8), Herzog HVP970 и MP970 (6) и Setavap Tester и Analyzer (6).

**X2 Указания и рекомендации по подготовке, хранению
и отбору образцов контроля качества (QC)**

X2.1 Предлагаемый способ подготовки жидких нефтепродуктов как образцов контроля качества (QC), таких как бензин, заключается в получении большого объема однородного образца (не менее 20 дм³) в герметичном контейнере соответствующей вместимости, заполненном на 70 % — 80 %, который является представительным для типов образцов, которые будут анализировать в течение предполагаемого периода времени (например, для определения давления насыщенных паров в зависимости от летнего или зимнего сезона выбирают соответствующий бензин). Поставки больших объемов следует хранить в холодном месте, например в охлаждающей камере, при температуре от 0 °C до 1 °C. Порции от большого объема можно переносить в предварительно охлажденные контейнеры меньшей вместимости общим объемом не менее 50 см³ и не более 1 дм³, заполняя их до 70 % — 80 % вместимости, и сразу использовать для анализа или хранить эти контейнеры до использования в охлаждающей камере или холодильнике.

X2.2 Альтернативно можно испытывать сохраненные образцы на месте размещения до передачи для оценки прецизионности, сравнивая результаты первичного анализа образца с результатами, полученными после хранения. Данный способ удобен для лаборатории, не имеющей доступа к поставкам образцов больших объемов, но есть возможность сохранять первоначальные образцы, применяемые в течение определенного времени перед утилизацией. Испытывают хранящийся образец перед утилизацией после окончания срока хранения и наносят на график разности между результатами первичного анализа и результатами хранящегося образца, вычисленные как измерение_{начальное} минус измерение_{окончательное}, используя следующие контрольные карты по ASTM D 6299: карты отдельных значений, скользящего размаха (MR) и при необходимости карту экспоненциально-взвешенного скользящего среднего (EWMA). Отдельные контрольные карты следует сохранять для типов продуктов, значительно отличающихся по давлению насыщенных паров (например, зимний бензин по сравнению с летним бензином).

X2.2.1 Предполагают, что среднее карты отдельных значений разностей равно нулю; выпадающее значение разности (для карты отдельных значений или EWMA) может свидетельствовать об ошибке испытаний или изменении состояния хранящегося образца. Для результата очень важны обе основные причины. Преимущество этого способа в постоянном мониторинге системы сохранения дополнительно к оценке прецизионности на месте.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 2892	—	*
ASTM D 4057	—	*
ASTM D 4953	—	*
ASTM D 5798	—	*
ASTM D 6299	—	*
ASTM D 6377	—	*
ASTM D 6378	—	*
ASTM D 7717	IDT	ГОСТ 33132—2014 «Этанол денатурированный топливный. Методика приготовления объемных смесей с базовым бензином для лабораторного анализа»
IP 481	—	*
<p>* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичный стандарт.</p>		

УДК 665.71:536.423.15:006.354

МКС 75.160.20

Ключевые слова: нефтепродукты, давление насыщенных паров, определение, мини-метод

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Ю. Каколова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 22.08.2019. Подписано в печать 17.09.2019. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 1,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru