

ОКП 027239

УДК 66.021.2.071.4
66.021.2.063.8
Группа Л 11

СОГЛАСОВАНО

Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

2015 г.



УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО «ПГС-сервис»

И.Г. Нистель

2015 г.



**Стандартные образцы состава сжиженных
углеводородных газов - широкой фракции лёгких углеводородов**

(СО ШФЛУ)

Технические условия

ТУ 0272-010-53373468-2015

Дата введения с 10.07.2015

Срок действия: *без ограничения*

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
руководитель научно-исследовательского
отдела госэталонов в области физико-
химических измерений,
Ученый хранитель ГЭТ 154-2011

Л.А. Конопелько

РАЗРАБОТАНО

ООО «ПГС-сервис»
директор

И.Г. Нистель

Свердловская область
г. Заречный
2015 г.

Настоящие технические условия распространяются на стандартные образцы состава сжиженных углеводородных газов, находящихся под избыточным давлением, выпускаемые серийно под техническим наименованием «стандартные образцы широкой фракции лёгких углеводородов» (далее СО ШФЛУ) и предназначены, в соответствии с ГОСТ 8.578 для поверки, калибровки, градуировки средств измерений, а также контроля метрологических характеристик при проведении их испытаний, в том числе с целью утверждения типа; аттестации методик (методов) измерений; контроля точности результатов измерений полученных по методикам (методам) в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами.

Настоящие технические условия устанавливают общие метрологические и технические требования к СО ШФЛУ.

СО ШФЛУ могут быть допущены к применению в соответствии с назначением после утверждения типа Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии на основании положительных результатов испытаний стандартных образцов.

СО ШФЛУ должны применяться в областях деятельности, связанных с анализом сжиженных углеводородов, в том числе при осуществлении мероприятий государственного контроля (надзора), включающие в себя:

- государственные учетные операции;
- производство продукции, поставляемой по контрактам для государственных нужд в соответствии с законодательством Российской Федерации;
- испытания и контроль качества продукции в целях определения соответствия обязательным требованиям государственных стандартов;
- обязательную сертификацию продукции и услуг;
- торговые операции между покупателем и продавцом;
- измерения, проводимые по поручению органов суда, прокуратуры, арбитражного суда, государственных органов управления Российской Федерации.

Выпускаемые СО ШФЛУ должны прослеживаться к государственному первичному эталону единиц молярной доли или массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011 (далее ГЭТ 154), что документально должно быть подтверждено действующим свидетельством о поверке рабочего эталона предприятия.

Примечание: Любые изменения в настоящих технических условиях могут производиться после экспертизы и согласования с ученым хранителем Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах ГЭТ 154-2011.

Перечень нормативных документов, ссылки на которые приведены в настоящих ТУ, представлен в приложении А.

Код ОКП 027239.

1 Технические требования к СО ШФЛУ

СО ШФЛУ приготавливают гравиметрическим методом путем последовательного дозирования компонентов и точном взвешивании их количества.

Аттестация СО ШФЛУ проводится по процедуре приготовления с применением аппаратуры, входящей в состав рабочего эталона единицы молярной доли компонентов в газовых смесях 0-го разряда РЭ 154-0-6-2005 (далее РЭ 154-0-6-2005). Контроль грубых промахов осуществляется на аппаратуре, входящей в состав рабочего эталона единицы молярной доли компонентов в газовых смесях 1-го разряда РЭ 154-1-23-2005 (далее РЭ 154-1-23-2005).

1.1 Основные параметры и характеристики

1.1.1 СО ШФЛУ должны соответствовать требованиям настоящих технических условий и изготавливаться по Технологическому регламенту производства СО ШФЛУ, утвержденному в установленном порядке.

1.1.2 СО ШФЛУ должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.315, ГОСТ 8.578, ГОСТ Р 54484.

1.1.3 Требования к метрологическим характеристикам СО ШФЛУ представлены в таблице 1 настоящих технических условий.

Таблица 1. Нормированные метрологические характеристики СО ШФЛУ:

Наименование аттестуемой характеристики	Интервал аттестованных значений определяемого компонента, (X, %)	Абсолютная расширенная неопределенность $\pm U^*$ при коэффициенте охвата $k = 2$, %
молярная доля метана (CH ₄), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$
молярная доля этана (C ₂ H ₆), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля этилена (C ₂ H ₄), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля пропана (C ₃ H ₈), %	от 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0 св. 10 до 50 св. 50,0 до 99,8	$U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$ $U = 0,008 \cdot X + 0,22$ $U = 0,75 - 0,0025 \cdot X$
молярная доля пропилена (C ₃ H ₆), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля изобутана (i-C ₄ H ₁₀), %	от 0,010 до 1,0 св. 1,0 до 10,0 св. 10 до 50 св. 50,0 до 98	$U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$ $U = 0,008 \cdot X + 0,22$ $U = 0,75 - 0,0025 \cdot X$
молярная доля нормального бутана (n-C ₄ H ₁₀), %	от 0,010 до 1,0 св. 1,0 до 10,0 св. 10 до 50 св. 50,0 до 98	$U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$ $U = 0,008 \cdot X + 0,22$ $U = 0,75 - 0,0025 \cdot X$
молярная доля бутилена (C ₄ H ₈), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля изобутилена (i-C ₄ H ₈), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля транс-2-бутена (C ₄ H ₈), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля цис-2-бутена (C ₄ H ₈), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля бутадиена-1,3 (C ₄ H ₆), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 5,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля изопентана (i-C ₅ H ₁₂), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$

Продолжение таблицы 1

Наименование аттестуемой характеристики	Молярная доля определяемого компонента, (X, %)	Абсолютная расширенная неопределенность $\pm U^*$ при коэффициенте охвата $k = 2$, %
молярная доля нормального пентана ($n\text{-C}_5\text{H}_{12}$), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля неопентана ($\text{neo-C}_5\text{H}_{12}$), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$
молярная доля 1-пентена (C_5H_{10}), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля 3-метил-1-бутен (C_5H_{10}), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля 2-метил-1-бутен (C_5H_{10}), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля транс-пентена-2 (C_5H_{10}), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля цис-пентена-2 (C_5H_{10}), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля гексана (C_6H_{14}), %	от 0,0050 до 0,10 св. 0,10 до 1,0 св. 1,0 до 10,0	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$ $U = 0,048 \cdot X + 0,0022$ $U = 0,028 \cdot X + 0,022$
молярная доля метанола (CH_3OH), %	от 0,0010 до 0,10	$U = 0,07 \cdot X + 0,00006$

* – соответствует границам допускаемой абсолютной погрешности ($\pm \Delta$) при доверительной вероятности $P=0,95$.

1.1.4. Для СО ШФЛУ утвержденного типа устанавливаются следующие характеристики:

- компонентный состав;
- интервал номинальных (аттестованных) значений молярной доли определяемого компонента или номинальное (аттестованное) значение молярной доли определяемого компонента;
- пределы допускаемого отклонения действительного значения молярной доли определяемого компонента от номинального значения молярной доли определяемого компонента (далее – предел допускаемого отклонения приготовления);
- расширенная неопределенность результатов измерений содержания компонентов при коэффициенте охвата $k=2$ или границы допускаемой погрешности действительного значения содержания компонентов при доверительной вероятности $P=0,95$;

- срок годности;

- минимальная и максимальная температуры хранения, транспортирования и использования СО ШФЛУ.

1.1.4.1. Содержание определяемых компонентов в СО ШФЛУ должно быть выражено в единицах молярной доли компонента (% , млн⁻¹). Значения массовой доли (%) могут быть определены путем пересчета значений молярной доли компонента.

1.1.4.2. Предел допускаемого отклонения приготовления и предел допускаемой погрешности аттестации могут быть выражены как в относительной форме (%), так и в абсолютной (молярная доля, %, млн⁻¹).

1.1.4.3. Расширенная неопределенность результатов измерений содержания компонентов или границы допускаемой погрешности действительного значения содержания компонентов могут быть выражены как в числовом выражении, так и в виде формулы. При этом для определения количества значащих цифр в аттестованном значении молярной доли определяемого компонента осуществляется пересчет предела допускаемой погрешности из относительной формы в абсолютную. Количество значащих цифр после запятой в пределе допускаемой абсолютной погрешности определяется правилами округления. Аттестованное значение молярной доли определяемого компонента в СО ШФЛУ округляется до того же десятичного знака, которым оканчивается округленное значение предела допускаемой абсолютной погрешности аттестации.

В таблице 2 приведены характеристики пределов допускаемого отклонения для компонентов СО ШФЛУ.

Таблица 2. Характеристики пределов допускаемого отклонения для СО ШФЛУ

Интервал номинальных (аттестованных) значений компонентов СО ШФЛУ (молярная доля, %)	Пределы допускаемого относительного отклонения ±Д, %
св. 0,001 до 0,01	от минус 50 до плюс 100
св. 0,01 до 1,0	от 50 до 25
св. 1,0 до 10	от 25 до 10
св. 10 до 50	от 10 до 5
св. 50 до 99,5	от 5 до 0,5

1.1.5. Значения характеристик отдельного экземпляра СО ШФЛУ должны соответствовать нормам, установленным для типа СО ШФЛУ при его утверждении. Номинальные значения содержания определяемого компонента в СО ШФЛУ должны указываться при заказе.

1.2. Требования к исходным компонентам

1.2.1. Для приготовления СО ШФЛУ должны использоваться чистые исходные компоненты. Перечень чистых веществ и соответствующие требования распространяющихся на них стандартов или технических условий указаны в приложении Б.

1.2.2. Все исходные компоненты перед использованием должны пройти аналитический контроль для подтверждения соответствия установленным требованиям. В отдельных случаях (при отсутствии стандартов или технических условий) допускается применение исходных компонентов, ввозимых из-за рубежа и имеющих сертификат качества фирмы – производителя, с обязательной аттестацией партии или отдельных образцов.

1.2.3. Для приготовления некоторых СО ШФЛУ могут быть использованы чистые исходные вещества, прошедшие дополнительную очистку от определенных примесей в соответствии с требованиями Технологического регламента на производство газовых смесей.

1.3 Требования к баллонам и запорной и регулирующей арматуре

1.3.1. СО ШФЛУ изготавливаются, хранятся и поставляются:

- в баллонах постоянного давления поршневого типа, вместимостью от 1 до 4 дм³ (например, баллон фирмы «Scott Gases» модели P1K или P4K, баллон фирмы «Welker Engineering Company» модели GA и GP2-G, СКБ «Хроматэк» модели ПП-150, ПП-1000 или аналогичные;

- в баллонах из алюминиевых сплавов вместимостью от 2 до 5 дм³ (например, фирмы «Luxfer») с вентилями сифонного типа (например вентиль VGF8RAC026 «Cavagna group»).

1.3.2. Новые баллоны, баллоны после ремонта, а также баллоны, поступившие от потребителя, должны быть подготовлены в соответствии с Технологическим регламентом на производство СО ШФЛУ.

1.3.3. Баллоны, поступающие на подготовку и наполнение СО ШФЛУ, должны соответствовать требованиям, предъявляемым к сосудам, работающим под давлением, в соответствии с требованиями Технического регламента Таможенного союза «О безопасности оборудования, работающего под избыточным давлением» (ТР ТС 032/2013) и Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (ФНП ППБОПО).

1.3.4. Баллоны для СО ШФЛУ должны быть оборудованы запорными или запорно-регулирующими вентилями. Вентили должны обеспечивать:

- герметичность в закрытом состоянии;
- хранение смеси в течение срока годности;
- удобство и безопасность эксплуатации.

1.3.5. Описание и принцип действия баллонов приведены в Технологическом регламенте на производство СО ШФЛУ.

1.4 Комплектность

1.4.1 В комплект поставки СО ШФЛУ должны входить:

- баллон с СО ШФЛУ;
- паспорт и этикетка;
- паспорт безопасности по ГОСТ 30333 (по требованию заказчика);
- металлическая заглушка для штуцера вентиля;
- защитный кожух или устройство, предохраняющее баллон от повреждений.

1.4.2 Паспорт, удостоверяющий качество и соответствие требованиям настоящих технических условий оформляется на каждый баллон СО ШФЛУ и выдается потребителю на руки.

2. Требования безопасности

2.1. Общие требования на производственное оборудование установлены в ГОСТ 12.2.003. Общие требования для кислородного оборудования установлены в ГОСТ 12.2.052.

2.2. Общие требования по обеспечению взрывобезопасности производственных процессов (включая транспортирование и хранение) в которых участвуют вещества (компоненты смеси), способные образовывать взрывоопасную среду, установлены в ГОСТ 12.1.010. Показатели пожара-взрывоопасности веществ и методы их определения приведены в ГОСТ 12.1.044, ГОСТ Р 51330.5, ГОСТ Р 51330.11, ГОСТ Р 51330.19.

2.3. Общие санитарно-гигиенические требования к показателям микроклимата и допустимому содержанию вредных веществ в воздухе рабочей зоны установлены в ГОСТ 12.1.005-88 и ГОСТ 12.1.007-76. Помещения, в которых могут накапливаться вредные и горючие газы, пары и аэрозоли, должны быть оборудованы механической приточно-вытяжной вентиляцией и приборами контроля воздушной среды.

2.4. Контроль содержания взрывоопасных веществ в воздухе производственных помещений должен осуществляться с помощью сигнализатора до взрывоопасных концентраций.

2.5. Лица, работающие с вредными веществами, должны проходить обязательные периодические медицинские осмотры в соответствии с действующим законодательством.

2.6. Для безопасного ведения процесса производства СО ШФЛУ необходимо обеспечить максимальную механизацию и герметизацию технологического оборудования, исправность электропусковой и контрольно-измерительной аппаратуры.

2.7. Изготовитель должен предоставлять потребителю (при необходимости) информацию по безопасности промышленного применения, хранения, транспортирования и утилизации,

оформленную в виде паспорта безопасности химической продукции, оформленного в соответствии с ГОСТ 30333.

3. Требования охраны окружающей среды

3.1. При производстве СО ШФЛУ, содержащих вредные вещества, выбросы их в атмосферу должны производиться по разрешению региональной государственной инспекции в количествах, не превышающих установленные нормативы.

3.2. Мероприятия по охране окружающей среды должны осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.3.02.

3.3. Сточные воды от оборудования при производстве не образуются.

4. Правила приемки

4.1. СО ШФЛУ принимаются отдельными экземплярами.

4.2. При приемке СО ШФЛУ контролируют следующие параметры:

- правильность маркировки баллона;
- герметичность вентилей и баллона;
- давление в баллоне;
- аттестованное значение молярной доли определяемого компонента и его отклонение от номинального значения.

4.3. При неудовлетворительном результате проверки хотя бы по одному параметру предъявленный экземпляр СО ШФЛУ бракуется.

4.4. При удовлетворительных результатах проверок на каждый экземпляр СО ШФЛУ оформляется паспорт, форма паспорта приведена в приложении В. В паспорт заносятся аттестованные действительные значения содержания определяемых компонентов, а также значения расширенной неопределенности (предела допускаемой погрешности), установленные для данного типа СО ШФЛУ при его аттестации и утверждения в качестве стандартного образца состава и внесенные в описание типа ГСО.

5 Методы контроля

5.1 Проверка правильности маркировки баллона проводится визуальным методом.

5.2 Проверка герметичности проводится путем обмыливания вентилей и мест их присоединения к баллону. Баллон считают герметичным, если при проведении проверки отсутствуют пузырьки газа на мыльной пленке.

5.3. В баллонах постоянного давления поршневого типа ёмкостью от 1 до 4 дм³ давление определяется с помощью штатного манометра. В баллонах из алюминиевых сплавов вместимо-

стью от 2 до 5 проверка давления в баллоне производится при температуре $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ манометром класса не ниже 1,5 по ГОСТ 2405.

5.4. Определение молярной доли компонентов СО ШФЛУ.

5.3.1. Аттестация СО ШФЛУ проводится с использованием аттестованных методик измерений, реализуемых на аппаратуре РЭ 154-0-6-2005 и РЭ 154-4-23-2005.

5.3.2. Аттестация СО ШФЛУ должна проводиться после истечения времени, необходимого для гомогенизации смеси (времени перемешивания), установленного в Технологическом регламенте на производство СО ШФЛУ.

5.3.3. Баллон, из которого отбирается проба СО ШФЛУ на анализ, должен находиться в тепловом равновесии с воздухом помещения для анализа. Для обеспечения данного условия баллоны перед проведением анализа должны быть выдержаны в течение 24 часов при температуре $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ в помещении лаборатории.

5.3.4. После определения расчетным методом содержания компонентов проводится проверка следующего условия:

$$|C_{ip} - C_{in}| \leq D, \quad (1)$$

где C_{ip} - рассчитанное содержание i -го компонента;

C_{in} - номинальное значение содержания i -го компонента в СО ШФЛУ данного типа;

D – предел допускаемого отклонения, в соответствии с описанием типа.

5.3.5 Для проверки отсутствия грубых промахов при гравиметрическом приготовлении осуществляется аналитический контроль содержания компонентов СО ШФЛУ. Для этого проводится анализ пробы из баллона и для каждого компонента проверяется выполнение условия:

$$|C_{ia1} - C_{ia2}| \leq U \quad (2)$$

где: C_{ia2} – содержание i -го компонента, полученное при анализе;

U - значение абсолютной расширенной неопределенности (при $k=2$), установленное для данного компонента данного типа СО ШФЛУ.

Выполнение условия (2) свидетельствует об отсутствии грубых промахов при определении значений компонентов.

5.3.6 Действительным значением содержания i -го компонента считается значение, полученное расчётным путём, которое вносится в паспорт на СО ШФЛУ.

6. Транспортирование и хранение

6.1. СО ШФЛУ в баллонах транспортируются автомобильным, железнодорожным, морским (речным) и авиатранспортом в соответствии с правилами перевозки на каждый из видов транспортировки.

Перевозимый груз в виде СО ШФЛУ должен соответствовать общим правилам по классификации и маркировке опасных грузов.

6.2. Транспортная маркировка, предупредительная маркировка химической продукции и маркировка, характеризующая опасность груза, должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192, ГОСТ 19433, ГОСТ 31340 и ДОПОГ.

7 Указания по хранению и эксплуатации

7.1. Перед использованием СО ШФЛУ проверяют:

- комплектность документов;
- правильность маркировки баллона;
- герметичность;
- давление в баллоне.

7.2. СО ШФЛУ, хранившиеся при температуре ниже 15°C, должны быть выдержаны перед использованием в течение 24 часов в помещении с температурой воздуха (20±5) °C.

7.3. Запрещается:

- заполнять баллоны другими газами;
- перепускать смесь в другие баллоны.

7.4. Транспортировка СО ШФЛУ осуществляется в упакованном виде, обеспечиваемом его сохранность, при температуре от 5°C до 50°C и хранят в защищенном от попадания прямого солнечного света месте.

7.5. При использовании СО ШФЛУ руководствуются Федеральными нормами и правилами промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением» (утверждены приказом Ростехнадзора от 25.03.2014 № 116).

8 Гарантии изготовителя

8.1. Изготовитель гарантирует соответствие характеристик СО ШФЛУ значениям, указанным в паспорте, в течение гарантийного срока годности – 12 месяцев.

8.2. Изготовитель не несет ответственности за метрологические характеристики СО ШФЛУ при нарушении требований по эксплуатации.