

## Проблемы при проведении испытаний нефти и нефтепродуктов:

- методики измерений,
- прослеживаемость измерений,
- контроль качества.

Докладчик:

- С.Н. Ельдецова

Организации

- ЗАО «Сибтехнология»
  
- ООО «Серволаб»



# **НЕФТЬ, ГОСТ Р 51858 ТУ ГОСТ 31378**

## **Газовый конденсат ГОСТ Р 54389**

- Массовая доля воды ГОСТ 2477, ASTM D 4006, ASTM D 4377
- Массовая концентрация хлористых солей ГОСТ 21534, ASTM D 3230
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Массовая доля механических примесей ASTM D 4807
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947 ГОСТ 1437 ГОСТ 32139, ASTM D 4294
- Плотность при 15 и 20°C (г/см<sup>3</sup>) ГОСТ 3900, ГОСТ Р ИСО 3675 ASTM D 5002 ГОСТ Р 51069 ASTM D 1298 ASTM D 5002 СТО 05.008-2012
- Кинематическая вязкость при 20°C ГОСТ 33, ГОСТ Р 53708, ASTM D 445
- Давление насыщенных паров, кПа ГОСТ 1756 ГОСТ Р 52340 ASTM D 323, ASTM D 6377
- Массовая доля парафина ГОСТ 11851
- Фракционный состав (ТНК, температура 10,50%, отгон при отгоны 100-300°C) ГОСТ 2177, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405, ASTM D 86
- Массовая доля хлорорганических соединений ГОСТ Р 52247
- Массовая доля метил, этил-меркаптанов ГОСТ Р 50802

## **БЕНЗИН ГОСТ Р 51105 гост Р 51866 ТР, ТР ТС**

- Плотность ГОСТ 51069, ГОСТ 3900, ГОСТ Р ИСО 3675 ASTM D 4052, ISO 12185
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947
- Массовая доля серы, мг/кг ГОСТ Р ЕН ИСО 20846 ГОСТ Р ЕН ИСО 20847 ГОСТ Р 52660, ГОСТ ISO 20884
- Концентрация фактических (промытых) смол, мг/100 см<sup>3</sup> ГОСТ 1567 ГОСТ 32404
- Давление насыщенных паров ГОСТ 1756 ГОСТ Р ЕН 13016.1
- Давление насыщенных паров, кПа
- Октановое число (моторный метод), ед, ГОСТ 511 ГОСТ Р 52946, ГОСТ 32404
- Октановое число (исследовательский метод), ГОСТ 8226 ГОСТ Р 52947, ГОСТ 32339
- Объемная доля бензола ГОСТ 29040 Объемная доля бензола ГОСТ Р ЕН 12177
- Объемная доля бензола (метод Б) ГОСТ 32507 ГОСТ Р 52714 ГОСТ Р 51930 ASTM D 6277
- Фракционный состав ГОСТ 2177, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405, ASTM D 86
- Индекс испаряемости ГОСТ Р 51105
- Объемная доля углеводородов олефиновых ГОСТ Р 52714 ГОСТ Р 52063 ГОСТ 32507
- Объемная доля углеводородов ароматических ГОСТ Р 52714 ГОСТ Р 52063 ГОСТ 32507
- Массовая доля кислорода ГОСТ Р ЕН 13132, ГОСТ Р ЕН 1601, ГОСТ Р 52256
- Объемная доля оксигенатов ГОСТ Р ЕН 13132, ГОСТ Р ЕН 1601 МТБЭ ГОСТ Р 52256
- Массовая концентрация свинца ГОСТ Р 51942, ГОСТ 32350 ГОСТ Р ЕН 237
- Объемная доля монометиланилина (N-метиланилина),% ГОСТ Р 54323
- Объемная доля олефиновых углеводородов ГОСТ Р 54275
- Объемная доля ароматических углеводородов ГОСТ Р 54275 ASTM D 4052
-

# ДИЗЕЛЬНОЕ ТОПЛИВО ГОСТ 305, ГОСТ 32511 ГОСТ Р 55475 ГОСТ Р 52368, ТР ТР ТС

- Плотность ГОСТ Р 51069, ГОСТ 3900, ГОСТ Р ИСО 3675, ASTM D 1298 ASTM D 4052
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947 ГОСТ 19121 ГОСТ Р 52660 ГОСТ 3877 ГОСТ Р EN ИСО 20846 ГОСТ Р EN ИСО 20847 ГОСТ 32139, ASTM D 4294
- Фракционный состав ГОСТ 2177, ГОСТ Р EN ИСО 3405, ASTM D 86
- Массовая доля меркаптановой серы, ГОСТ 17323
- Цетановое число, ГОСТ 3122, ГОСТ 27768 ГОСТ Р 52709 ГОСТ Р EN 15195
- Вязкость кинематическая при 20°C, 40°C ГОСТ 33, ASTM D 445
- Температура застывания, ГОСТ 20287, ASTM D 97
- Температура помутнения, ГОСТ 5066, ASTM D 2500, ASTM D 5771, EN 23015
- Предельная температура фильтруемости, (минус) °C, ГОСТ 22254, ГОСТ EN 116
- Температура вспышки в закрытом тигле, °C, ГОСТ 6356 ГОСТ Р EN ИСО 2719, ASTM D 93(A)
- Концентрация фактических смол, мг/100 см<sup>3</sup> ГОСТ 8489
- Концентрация промытых фактических смол, мг/100 см<sup>3</sup> ГОСТ 1567
- Коэффициент фильтруемости, ГОСТ 19006
- Йодное число, г йода/100 г, ГОСТ 2070
- Кислотность, мг КОН/см<sup>3</sup>, ГОСТ 5985 ГОСТ 11362
- Коксуемость 10% остатка, ГОСТ 19932, ASTM D 189 ASTM D 4530, EN ISO 10370
- Зольность, ГОСТ 1461, ASTM D 482, ISO 6245
- Объемная доля ароматических углеводородов ГОСТ Р 52714
- Полициклические ароматические углеводороды ГОСТ Р EN 12916
- Смазывающая способность, мкм ГОСТ Р ИСО 12156-1
- Общее загрязнение ГОСТ 10577 EN ИСО 12662
- Содержание воды EN ИСО 12937
- Содержание воды, мг/кг ГОСТ Р 54281
- Окислительная стабильность EN ISO 12662
- Температура текучести ГОСТ 20287
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Содержание водорастворимых кислот и щелочей, ГОСТ 6307

## **МАЗУТ ГОСТ 10585, ТР ТР ТС**

- Плотность при 20°C ГОСТ 3900, ГОСТ Р ИСО 3675, ASTM D 1298 ASTM D 4052
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947 ASTM D 4294 ГОСТ 3877 ГОСТ 32139
- Температура вспышки в открытом тигле, °C, ГОСТ 4333 ASTM D 92 ГОСТ 6356 ГОСТ Р 54279, ASTM D 93(b), ГОСТ Р ЕН ИСО 2719, ГОСТ ИСО 2719
- Температура застывания,, ГОСТ 20287, ASTM D 97
- Температура текучести, ASTM D 97
- Зольность, ГОСТ 1461, ГОСТ 28583, ASTM D 482
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Массовая доля воды ГОСТ 2477, ГОСТ Р 51946
- Кинематическая вязкость при 50°C, ГОСТ 33, ASTM D 445
- Кинематическая вязкость при 100 ГОСТ 33, ASTM D 445
- Массовая доля общего осадка, ГОСТ Р ИСО 10307-1ГОСТ Р 50837.6
- Тангенс угла диэлектрических потерь при 90°C ГОСТ 6581
- Содержание водорастворимых кислот и щелочей, ед рН ГОСТ 6307
- Коксуемость ГОСТ 19932
- Кинематическая вязкость при 80°C ГОСТ 33, ASTM D 445
- Температура вспышки в закрытом тигле, ГОСТ Р ЕН ИСО 2719

# ТОПЛИВО ДЛЯ РЕАКТИВНЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ ГОСТ 10227 ГОСТ 1012, ТР, ТР ТС

- Плотность при 20оС, г/см<sup>3</sup> ГОСТ 3900, ГОСТ Р ИСО 3675 ASTM D 4052
- Плотность при 15оС, г/см<sup>3</sup> ГОСТ Р 51069, ГОСТ 3900
- Вязкость кинематическая при 20оС ГОСТ 33
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947 ГОСТ 32139 ГОСТ 19121 ГОСТ 50442 ГОСТ Р ЕН ИСО 20847 ГОСТ Р ЕН ИСО 20846 ГОСТ 52660
- Температура начала перегонки, температура 10% 50%90%98%отгона ГОСТ 2177 ГОСТ Р ЕН ИСО 3405, ASTM D 86
- Остаток в колбе ГОСТ 2177, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405, ASTM D 86
- Массовая доля меркаптановой серы, ГОСТ 17323
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 10577
- Температура начала кристаллизации, минус оС, ГОСТ 5066
- Температура вспышки в закрытом тигле, оС, ГОСТ 6356
- Концентрация фактических смол, мг/100 см<sup>3</sup> ГОСТ 8489 ГОСТ 1567
- Йодное число, ГОСТ 2070
- Кислотность, ГОСТ 5985
- Удельная электрическая проводимость, ГОСТ 25950, ASTM D 2624
-

# **МАСЛО МОТОРНОЕ ГОСТ 1667 ГОСТ Р 51907 ГОСТ Р 51634 ГОСТ 25770 ГОСТ 23497 ГОСТ 12337 ГОСТ 10541 ГОСТ 8581 ГОСТ 17479, ТР ТС**

- Плотность при 20°C, г/см<sup>3</sup> ГОСТ 3900, Р 50.2.075 ASTM D 4052
- Вязкость кинематическая при минус 18°C, 12°C ГОСТ 33, ASTM D 445
- Вязкость кинематическая при 40°C 50°C 100°C ГОСТ 33, ASTM D 445
- Индекс вязкости ГОСТ 25371, ASTM D 2270
- Температура вспышки в открытом тигле,, ГОСТ 4333
- Зольность сульфатная, ГОСТ 12417
- Цвет на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Массовая доля воды ГОСТ 2477
- Щелочное число, ГОСТ 11362 ASTM D 2896
- Температура застывания, минус °C, ГОСТ 20287
- Массовая доля металлов кальций ГОСТ 13538 ASTM D 6481 ASTM D 4951 ASTM D 5185
- Массовая доля металлов цинк ГОСТ 13538 ASTM D 6481 ASTM D 4951 ASTM D 5185  
М-049-ЭМП/02
- Массовая доля фосфора ГОСТ 9827 ASTM D 6481 ASTM D 4951 ASTM D 5185  
фосфора М-049-ЭМП/02

## **МАСЛО ТУРБИННОЕ ГОСТ 32 ГОСТ 29174 ГОСТ 9972, ТР ТС**

- Плотность при 20°C, ГОСТ 3900ASTM D 4052 DM-340.2
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947 ГОСТ 1437
- Вязкость кинематическая при 40°C 50°C 100°C ГОСТ 33 ИСО 3104
- Индекс вязкости, ед ГОСТ 25371
- Кислотное число, ГОСТ 11362, ASTM D 664 ГОСТ 5985 (нитрозиновый желтый, щелочной голубой)
- Температура вспышки в открытом тигле, °C, ГОСТ 4333
- Температура застывания ГОСТ 20287
- Массовая доля механических примесей, ГОСТ 6370
- Зольность, ГОСТ 1461
- Цвет на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284
- Щелочное число ГОСТ 11362
- Содержание водорастворимых кислот и щелочей, ГОСТ 6307
- Массовая доля активных элементов кальция ГОСТ 13538
- Массовая доля активных элементов цинка ГОСТ 13538
- Стабильность против окисления: кислотное число, летучие кислоты ГОСТ 981
- Стабильность против окисления: массовая доля осадка ГОСТ 981
- Время деэмульсации, сек ГОСТ 12068

# МАСЛО ИНДУСТРИАЛЬНОЕ ГОСТ 20799 ГОСТ 28549 ГОСТ 17479, ТР ТС

- Плотность при 20°C, ГОСТ 3900, ASTM D 4052
- Вязкость кинематическая при 20°C 40°C 50°C ГОСТ 33, ASTM D 445
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947, ASTM D 4294 ГОСТ 1437
- Зольность, ГОСТ 1461
- Температура вспышки в открытом тигле, ГОСТ 4333
- Температура застывания, ГОСТ 20287
- Цвет на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284
- Кислотное число, ГОСТ 5985(нитрозиновый желтый) (щелочной голубой) , ГОСТ 11362
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Массовая доля воды ГОСТ 2477, ГОСТ Р 51946
- Стабильность против окисления: приращение КЧ ГОСТ 18136
- Содержание водорастворимых кислот и щелочей ГОСТ 6307

## **МАСЛО КОМПРЕССОРНОЕ ГОСТ 9243, ТР ТС**

- Плотность при 20°C ГОСТ 3900
- Кислотное число, ГОСТ 5985
- Вязкость кинематическая при 40°C 100°C ГОСТ 33, ASTM D 7042
- Зольность, ГОСТ 1461
- Температура застывания, ГОСТ 20287
- Температура вспышки в открытом тигле, ГОСТ 4333
- Массовая доля серы, ГОСТ 1437 ГОСТ 51947
- Цвет на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Содержание водорастворимых кислот и щелочей ГОСТ 6307
- Коксуемость ГОСТ 19932
- Общая стабильность против окисления: осадок после окисления, кислотное число ГОСТ 981
- Общая стабильность против окисления ГОСТ 981
- Индекс вязкости ГОСТ 25371
- Массовая доля воды ГОСТ 2477ASTM D 6304

# МАСЛО ТРАНСФОРМАТОРНОЕ ГОСТ 9243 ГОСТ 1861 ГОСТ 18621, ТР ТС

- Плотность при 20°C ГОСТ 3900 ДМ-304.2
- Вязкость кинематическая при 50°C минус 30°C ГОСТ 33
- Температура вспышки в закрытом тигле ГОСТ 6356, ГОСТ 12.1.044
- Массовая доля влаги, г/т 5К2.844.136 РЭ, 5К2.844.120 РЭ
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Температура застывания, ГОСТ 20287
- Цвет на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284
- Кислотное число, ГОСТ 5985 (щелочной голубой) (нитразиновый желтый)
- Массовая доля серы, ГОСТ Р 51947
- Стабильность против окисления: летучие низкомолекулярные кислоты, кислотное число окисленного масла, массовая доля осадка, ГОСТ 981 t=130С, Q=50 мл/мин, τ=30 час, ГОСТ 982 п. 5.4
- Тангенс угла диэлектрических потерь при 90°C ГОСТ 6581
- Содержание водорастворимых кислот и щелочей, ГОСТ 6307

## **МАСЛО ТРАНСМИССИОННОЕ ГОСТ 23652-79, ТР и ТС**

- Плотность при 20°C ГОСТ 3900 ASTM D 4052
- Вязкость кинематическая при 20°C 40°C 50°C 100°C ГОСТ 33, ASTM D 445
- Индекс вязкости ГОСТ 25371, ASTM D 2270
- Температура вспышки в открытом тигле, °C, ГОСТ 4333, ГОСТ 12.1.044
- Зольность ГОСТ 1461
- Температура застывания, ГОСТ 20287
- Цвет на колориметре ЦНТГОСТ 20284
- Кислотное число,, ГОСТ 5985 (щелочной голубой) (нитрозиновый желтый) , ГОСТ 11362
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370

# ИМИТАТОРЫ СОСТАВА И СВОЙСТВ НЕФТЕПРОДУКТОВ

- **Фракционный состав бензина ГОСТ 2177, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405, ASTM D 86**
- Температура начала кипения, Температура 10% отгона, Температура 50% отгона, Температура 90% отгона, Температура 95% отгона, Температура 96% отгона, Температура конца кипения, Объемная доля испарившегося бензина при 70оС Объемная доля испарившегося бензина при 100оС Объемная доля испарившегося бензина при 150оС Объемная доля испарившегося бензина при 180оС Объем остатка в колбе
- **Фракционный состав дизельного топлива ГОСТ 2177, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405, ASTM D 86**
- Температура начала кипения Температура 10% отгона Температура 50% отгона Температура 90% отгона Температура 96% отгона Температура 98% отгона
- **Фракционный состав реактивного топлива ГОСТ 10227 ГОСТ 1012**
- Температура начала кипения, Температура 50% отгона, Температура 95% отгона, Температура 96% отгона, Температура конца кипения,
- 
- **Другие показатели**
- Массовая доля воды ГОСТ 2477ASTM D 4377
- Массовая концентрация хлористых солей, ГОСТ 21534
- Массовая доля механических примесей ГОСТ 6370
- Плотность при 20оС ГОСТ 3900
- Плотность при 15оС ГОСТ Р 51069
- Вязкость кинематическая при 20оС 40оС 50оС 100оС ГОСТ 33
- Массовая доля серы ГОСТ Р 51947 ГОСТ 1437 ГОСТ 19121 ASTM D 4294
- Давление насыщенных паров ГОСТ 1756 ASTM D 323 ГОСТ Р ЕН 13016-1
- Температура вспышки в открытом тигле, оС, ГОСТ 4333
- Температура вспышки в закрытом тигле, оС, ГОСТ 6356
- Температура застывания, ГОСТ 20287
- Предельная температура фильтруемости, ГОСТ 22254
- Кислотное число,, ГОСТ 5985
- Щелочное число, ГОСТ 11362
- Зольность ГОСТ 1461
- Концентрация фактических смол, мГОСТ 8489 ГОСТ 1567
- Массовая доля меркаптановой серы ГОСТ 17323
- Температура кристаллизации, ГОСТ 5066

# ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ

- Прослеживаемость (привязка к эталонам) подразумевает, что измерение может быть соотнесено с национальным или международным эталоном, и что это соотношение задокументировано. Измерительный инструмент должен быть откалиброван по эталону, который сам является прослеживаемым.
- Возможно ли это применительно к нашим объектам?
- Первыми средствами обеспечения единства измерений были объекты, которые имеются в распоряжении человека всегда.
- Так появились первые меры длины, опирающиеся на размеры рук и ног человека.
- На Руси использовались локоть, пядь, сажень, косая сажень.
- На Западе - дюйм, фут, сохранившие свое название до сих пор.
- Поскольку размеры рук и ног у разных людей были разными, то должное единство измерений не всегда удавалось обеспечить.
- Следующим шагом были законодательные акты различных правителей, предписывающие, например, за единицу длины считать среднюю длину стопы нескольких людей.
- Иногда правители просто делали две зарубки на стене рыночной площади, предписывая всем торговцам делать копии таких «эталонных мер». В настоящее время такую меру можно видеть на Вандомской площади в Париже в том месте, где когда-то располагался главный рынок Европы.

## ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ ИЗМЕРЕНИЙ В ЛАБОРАТОРИЯХ ИСПЫТАНИЙ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

- Отсутствует эталон на нефть и нефтепродукты
- Методики испытаний этих объектов относят к эмпирическим, то есть к методикам, результаты измерений по которым получают в условных единицах применительно к используемому методу.
- Для таких методик в качестве опорного значения используют математическое ожидание результатов множества измерений.
- Результаты измерений прослеживаются только к их общему среднему, полученному по результатам измерений по данной методике для большого числа лабораторий.
- Единственным средством прослеживаемости измерений для лабораторий по испытаниям нефти и нефтепродуктов является стандартный образец, но имея ассортимент из 630 СО 10 разных производителей, какой выбрать для этой цели.

- Мы попытаемся это проследить по каждому методу

### **Прослеживаемость обеспечивается Обеспечивается по 3 пунктам:**

1. через государственные поверочные схемы средств измерений к единицам измерений (времени, температуры, массы, объема, плотности),
2. применением стабильных стандартных образцов, типичных для исследуемых образцов
3. строгим соблюдением процедуры измерения по стандартизованной методике
  - - полным соответствием всего применяемого при испытаниях оборудования, реактивов и материалов требованиям НД на метод испытания
  - - использованием при проведении испытаний поверенных средств измерений, аттестованных приборов определяемого показателя и других средств измерений с требуемой неопределенностью;
  - - соответствием условий проведения испытаний и процедуры испытаний требованиям методик.
  - - путем сличений разрабатываемого СОП с аналогичными по аттестуемой характеристике стандартными образцами утвержденного типа с учетом РМГ 56.

## **ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ ПО 1 ПУНКТУ.**

- Поверить некоторые средства измерения можно по указанным схемам, но не разработаны процедуры аттестации комплекса выполнения измерений в целом:
- Пример: Определение массовой доли воды по ГОСТ 2477-65. Поверяется АКОВ (1 раз в 5 лет!!!!), но не аттестуется колбонагреватель на предмет инертности нагрева и окружающей среды вокруг собранной установки определения массовой доли воды по методу Дина-Старка.

## **● ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ ПО 2 ПУНКТУ**

- Образцы имитаторы состава появились гораздо раньше, чем образцы на натуральной основе. Воспроизводятся легче, так как основа освобождена от влияющих на испытание факторов.
- Характеристики внутрилабораторной прецизионности и точности, полученные на таких образцах не подтверждаются на этапе внешней проверки квалификации (носит на сегодняшний момент обязательный характер)

## **• ПРОСЛЕЖИВАЕМОСТЬ ПО 3 ПУНКТУ**

- В п. 5 Статье 16.1. N 184-ФЗ «Закона о техническом регулировании» от 27 декабря 2002 года прописано «документы в области стандартизации, включенные в перечень, указанный в пункте 1 настоящей статьи, подлежат ревизии и в необходимых случаях пересмотру и (или) актуализации не реже чем один раз в пять лет».
- 139 документов на испытание нефти и нефтепродуктов подлежат отмене
- **Мало того, в документах на испытание нефти и нефтепродуктов имеются разночтения. Ответы на подавляющее большинство указанных методических вопросов содержатся в оригинальных текстах ASTM. Ниже мы приводим таблицу ответов на некоторые вопросы.**

## Обеспечение прослеживаемости измерений при определении массовой доли воды

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средство градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля (ГСО, ОК)
ГОСТ 2477-65	<p style="text-align: center; color: red;"><b>мерная посуда</b></p> <p>-к единице объема (см<sup>3</sup>) посредством использования при измерениях поверенных цилиндров, АКОВ, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «Государственная поверочная схема (ГПС) для средств измерений объема жидкости <b>1 раз в 5 лет</b>,</p> <p style="text-align: center; color: red;"><b>-Термометр,</b></p> <p>-- к единице температуры (°С) посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. ГПС для средств измерения температуры</p> <p style="text-align: center; color: red;"><b>-весы</b></p> <p>--к единице массы (г) посредством использования при измерениях поверенных весов, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.021-2005 ГСИ. «ГПС для средств измерения массы»</p>	отсутствует	Колбонагреватель, комплекс установки Дина-Старка – не аттестуется	Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-ВХМ, Н-Б, СТ-Н-В, в диапазонах нормируемых средством измерений – АКОВ (0-0,3; 0,3-1,0; 1,0-10,0) или имитаторы СТ-НП-В, рассчитанные, как рабочая проба на 2 определения

## ГОСТ 2477-65 массовая доля воды в нефти (есть решение в ASTM)

### ПРОБЛЕМА

- п. 3.4 Записывают объем воды, собравшийся в приемнике – ловушке, с точностью **до одного верхнего деления**, занимаемой водой части приемника – ловушки", даже если он занимает меньше половины деления
- п. 4.2 **Округление значения массовой доли воды до 0,1 %**
- п. 4.4 Цена деления, выпускаемых по ГОСТ 1594-69 приемников – ловушек объемом 10 см<sup>3</sup> в допускаемом ТУ на нефть (до 0,5%) меньше, чем приемников – ловушек объемом 2 см<sup>3</sup> и 5 см<sup>3</sup>. Какова необходимость в применении приемников – ловушек объемом 2 см<sup>3</sup> и 5 см<sup>3</sup>, если в этом случае мы имеем большую не исключенную систематическую погрешность. Кроме того, в соответствии с п.4.4. точность метода определена только "при использовании приемника – ловушки 10 и 25 см<sup>3</sup>
- Цена деления АКОВ
  - Для АКОВ на 10 см<sup>3</sup>
  - Цена деления 0,03-0,3 - 0,03 см<sup>3</sup>
  - 0,3-1,0 - 0,1 см<sup>3</sup>
  - 1,0-10,0 - 0,2 см<sup>3</sup>
- Применение АКОВ на 2 или 5 см<sup>3</sup>
  - Цена деления по всему АКОВ 0,1 см<sup>3</sup>

## РАСЧЕТ ХАРАКТЕРИСТИК ДЛЯ КОНТРОЛЯ СТАБИЛЬНОСТИ

- Повторяемость метода 0,1%
- Воспроизводимость метода 0,2%
- **Границы Карты Шухарта:**
- **В условиях повторяемости:**
- Средняя линия =  $1,128 * 0,1 / 2,77 = 0,04\%$
- Линия предупреждения верхняя  $2,834 * 0,1 / 2,77 = 0,10\%$
- Линия действия =  $3,686 * 0,1 / 2,77 = 0,13\%$
- **В условиях воспроизводимости:**
- Средняя линия =  $1,128 * 0,2 / 2,77 = 0,08\%$
- Линия предупреждения верхняя  $2,834 * 0,2 / 2,77 = 0,20\%$
- Линия действия =  $3,686 * 0,2 / 2,77 = 0,26\%$
- **Погрешность метода:**
- Средняя линия = 0
- Линия предупреждения верхняя  $0,2 * 1,96 / 2,77 = 0,14\%$  **цена деления АКОВ превышает этот предел при содержании воды более 1%**
- Линия действия верхняя =  $1,5 * (0,2 * 1,96 / 2,77) = 0,2\%$  **цена деления АКОВ равна этому пределу при содержании воды более 1%**

## В D 4006-81 (2000) Решение проблемы

1. Количество пробы при содержании влаги менее 1% равно 200 г.

2. Проводится холостой анализ содержания воды в растворителе (ксилол), при этом количество растворителя - 400 мл. Принято в ГОСТ 2477-2014

3. По ASTM необходимо проводить:

А) градуировку ловушки при помощи микробюретки на 5 мл (по 0,05 мл воды),

Б) калибровку аппарата - добавляется вода (сначала  $1,00 \pm 0,01$  мл, затем  $4,50 \pm 0,01$  мл) непосредственно в дистилляционную колбу, после дистилляции количество воды в ловушке должны быть  $1,00 \pm 0,025$  мл и  $4,50 \pm 0,025$  мл

4. Для предотвращения потерь влаги аппараты должны ежедневно очищаться от пленочных загрязнений по ГОСТ в повседневной практике –металлическая проволочка, стеклянная палочка

Вверху холодильника – осушитель для предотвращения потерь влаги и конденсации из воздуха. По ASTM предпочтительнее использовать окрашенный осушитель.

5. Значения, выходящие за допустимые пределы, говорят о:

утечках при испарении

слишком интенсивном кипении

неточностях при градуировке ловушек

попадании влаги снаружи

По ASTM нагрев в начальной стадии анализа проводят осторожно, в течение 0,5 – 1 часа, для предотвращения потерь воды при испытаниях, перегонку прекращают, если в течение 5 мин не происходит увеличение объема воды в ловушке. Если в холодильнике наблюдается вода, ее смывают ксилолом из промывалки. В крайнем случае – используют скребок из TFE (разновидность тефлона)

## Не учли предложение ВНИИ НП от ЗАО «Сибтехнология» при переработке ГОСТ 2477-2014

- Ввести в ТУ на нефть более точный метод определения воды по Фишеру ГОСТ Р 54284-2010 «Нефти сырые. Определение воды кулонометрическим титрованием по Фишеру», позволяющий определять содержание воды от 0,02 до 5% с установленной воспроизводимостью, дополнив метод дополнительной процедурой достижения внутриэкземплярной однородности (она уже прописаны в паспортах на СО).
- В ГОСТ 2477-2014 хотелось бы видеть, четко обозначенным округление содержания количества воды. Например, если сконденсированная вода в ловушке находится до половинной границы от одного деления до другого, то округляют в меньшую сторону и наоборот. Для этого необходимо, чтобы на ловушке проставлялась заводом-изготовителем серединная метка, к основным делениям.
- Говоря о приписанных характеристиках метода, вопрос необходимо ставить таким образом: что если содержание воды в нефти составляет
  - до 0,3 % , то повторяемость результатов не должна отличаться более чем на 0,03 %.
  - свыше 0,3 до 1 % - 0,1 % соответственно
  - далее по тексту ГОСТ 2477-65 пункты 4.4.1., 4.4.2. **не выполнено**
- **Только содержание воды в растворителе учтено.**
- Пункт 2.4 ГОСТ 2477-65 предлагает уменьшать количество образца для испытания при использовании ловушки со шкалой 10 см<sup>3</sup> так, чтобы объем воды в приемнике-ловушке не превышал 10 см<sup>3</sup>. **Для них нет характеристик точности!!!!**
- Для работы предлагают использовать ловушки 5 см<sup>3</sup>, не внесенные в реестр СИ

## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении массовой концентрации хлористых солей (метод А и Б)

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ 21534-76 (метод А и Б)	<p>строгое соблюдение процедуры измерения по стандартизованной методике ГОСТ 21534-76</p> <p>- к единице объема (м<sup>3</sup>) посредством использования при измерениях поверенных мерных бюреток, цилиндров, пипеток, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «ГПС для средств измерений объема жидкости»</p>	<p>ГСО 9322-2009 СТ-НП-ХС</p> <p>в диапазонах:</p> <p>2-10 мг/дм<sup>3</sup></p> <p>10-50 мг/дм<sup>3</sup></p> <p>50-200 мг/дм<sup>3</sup></p> <p>200-1000 мг/дм<sup>3</sup></p>	Перемешивающее устройство	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов</p> <p>СТ-Н-ХС, Н-Б, СТ-Н-ВХМ в диапазонах деятельности лаборатории:</p> <p>2-10 мг/дм<sup>3</sup></p> <p>10-50 мг/дм<sup>3</sup></p> <p>50-200 мг/дм<sup>3</sup></p> <p>200-1000 мг/дм<sup>3</sup></p>

## ГОСТ 21534-76. Нефть. Методы определения хлористых солей

### Проблема

- В соответствии с п.1.4.2. "если при экстрагировании хлористых солей образуется эмульсия нефти с водой, то для разрушения ее добавляют 5—7 капель 2%-ного раствора деэмульгатора".
- При этом практика показывает, что образование эмульсии нефти с водой не всегда однозначно определяется визуально.
- Результаты испытаний на одном и том же образце без применения деэмульгатора оказываются ниже, чем с применением деэмульгатора.
- Кроме того, имеются случаи образования стойкой вторичной эмульсии, которую не удается разрушить прописанными в ГОСТ 21534-76 способами.
- Случай 1 четкое деление фаз вода – нефть деэмульгатор не добавляется
- Случай 2 нет четкого деления фаз вода – нефть, имеется прослойка эмульсии. Добавление деэмульгатора может привести:
  - к разделению фаз (испытание можно проводить далее)
  - к образованию стойкой эмульсии (остается механически разбивать эмульсию – долго – при отрицательном результате приходится выходить на метод Б определения хлористых солей)
- Случай 3 нет деления фаз вода – стойкая эмульсия, не разрушаемая деэмульгатором, не разбиваемая механически. Только метод Б

## ГОСТ 21534-76. Нефть. Методы определения хлористых солей

### Проблема

- Конечную точку титрования хлористых солей нитратом ртути в присутствии индикатора дифенилкарбазида от бесцветной окраски "до появления слабо розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 минуты" в соответствии с п.1.4.5. определить трудно. Чаще всего наблюдается перетитрование водных вытяжек.
- Дополнительный вопрос: пункт 1.6. ГОСТ 21534-76 в точности метода указывает только повторяемость результатов двух определений, что говорит о метрологической недостаточности
- Изм. 3 предлагается исследовать контрольную пробу. **Наша рекомендация**
- использованием метода Б - титратора T50 Mettler Toledo (не возможно для хлористых солей до 10 мг/дм<sup>3</sup>)
- Необходимо установить эти характеристики внутри лаборатории.
- **Не исправлена ошибка, хотя статистику МСИ мы представляли**
- **С ВНИИ НП решаем вопрос проведения МСИ у Провайдеров на наших СО**

## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении массовой доли механических примесей

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ 6370-83	<p>- к единице массы (г) посредством использования при измерениях поверенных весов, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.021-2005 ГСИ. «ГПС для средств измерения массы»</p> <p>- к единице объема (м<sup>3</sup>) посредством использования при измерениях поверенных мерных бюреток, цилиндров, пипеток, АКОВ, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «ГПС для средств измерений объема жидкости»</p>	отсутствует	Вакуумный насос – не аттестуется	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-МП, Н-Б, СТ-Н-ВХМ</p> <p>В диапазонах 0,003-0,01% 0,01-0,1% 0,1-1,0%</p>

## ГОСТ 6370-83. Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей

проблема	ASTM D 4807	
<p>В соответствии с ГОСТ 6370-83 п.2.5. "При необходимости фильтр промывают 50 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды, нагретой до температуры 80 °С". Не определен термин "при необходимости".</p> <p>При малом содержании механических примесей в анализируемой пробе нефти невыполнение этого пункта нередко приводит к занижению результата испытаний.</p>	<p>не проводится промывание горячей водой.</p>	<p>Практика показывает, что промывание водой никак не влияет на результат измерения, если края бумажного фильтра загнуты, примочены к воронке, и разрежение вакуумного насоса находится в разумных пределах.</p> <p>При этом погрешность метода даже в условия МСИ не выходит за 1/3 погрешности метода, варьируя в пределах 0,006-0,0011% при аттестованном значении около 0,005%</p>

## ГОСТ 6370-83. Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей

проблема	АСТМ	Предупреждение
<p>п.3.2. "остаток на стакане смывают на фильтр чистым бензином (толуолом) до тех пор, пока капля фильтрата, помещенная на фильтровальную бумагу, не будет оставлять масляного пятна после испарения. Остатки нефтепродукта или твердые примеси, приставшие к стенкам стакана, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр горячим чистым бензином (толуолом), нагретым до 40 С (80 °С)." В случае, если механические примеси представляют собой глиноземные взвеси, приставшие к стенкам стакана, применение стеклянной палочки не помогает. В ГОСТ 6370-83 однозначно не прописана необходимость полного смыва механических примесей со стакана.</p>	<p>В ASTM D 4807 Оборудование:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- вакуумный насос (ост. вакуум 200 мм рт.ст.)</li><li>- аппарат для фильтрования (воронка, колба для фильтрата, подложка для фильтра, крепление)</li><li>- нейлоновый фильтр (0,45 мкм)</li></ul> <p>Вопросы, возникающие при анализе по ГОСТ отпадают при рассмотрении конструкции аппарата и процедуры промывки</p> <p>В ASTM приведены требования к осадку на фильтре (критерий качества промывки):</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- осадок должен быть светло-серым или желтоватым (не черным или темно-коричневым)</li></ul>	<p>Если полностью не смывать механические примеси со стенок стакана не получить реального содержания механических примесей в образце (пробе).</p> <p>Объем горячего растворителя, в случае глиноземной взвеси, следует увеличить до полного смывания механических примесей</p>

## ГОСТ 6370-83. Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей

<b>проблема</b>	<b>В ASTM D 4807</b>	<b>Работа с СО</b>
<p>п.2.1. "Пробу нефтепродукта хорошо перемешивают вручную встряхиванием в течение 5 мин в емкости, заполненной не более 3/4 ее вместимости". Однако при испытаниях проб, снятых с арбитражного хранения или ГСО этого времени недостаточно</p>	<p>определено, что проба нефти должна быть тщательно перемешана в течение 15 мин непосредственно до испытания. Для этого используется скоростной миксер, не разбрызгивающий перемешиваемую жидкость и не аэрирующий нефть</p>	<p>Перемешивание должно быть либо очень интенсивным, либо менее интенсивным, но длительным. ГСО на массовую долю мех. Примесей предлагается встряхивать 30 мин. Обусловлено это оседанием примесей на дне, в том числе при транспортировке СО</p>

## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении плотности

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
<p><b>ГОСТ 3900</b> <b>ГОСТ Р 51069</b></p>	<p>Ареометр (АНТ, АНТ-1, АНТ-2) Термометр - к единице плотности кг/м<sup>3</sup> посредством использования при измерениях поверенных ареометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.024-2002 ГСИ. ГПС для средств измерений плотности, - к единице температуры (°С) посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. ГПС для средств измерения температуры</p>	<p>отсутствуют</p>	<p>Термостат заданной температуры – аттестация к единице температуры (°С) посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. ГПС для средств измерения температуры</p>	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-ПВС, Н-ПВ в диапазонах нормируемых средств измерений – ареометром (смотри следующий слайд.....)</p>

**Вторичный эталон плотности ВНИИМ им. Менделеева**

Диапазон измерений вторичного эталона плотности

От 650 до 2000 кг/м<sup>3</sup>

Среднеквадратическое отклонение суммарной погрешности  $S_a$   
 $8 \cdot 10^{-3}$  кг/м<sup>3</sup>



**Диапазоны измерений плотности при 20 и 15\*С в зависимости от вида ареометра**

Наименование ареометра Температура -20 – +45 С	Диапазон измерения плотности, кг/дм <sup>3</sup> и СО	Наименование ареометра Температура -20 – +35 С	Диапазон измерения плотности, кг/дм <sup>3</sup> и СО	Наименование ареометра	Диапазон измерения плотности, кг/дм <sup>3</sup> и СО
АН	650...680, 680...710, 710...740, 740...770, 770...800, 800...830, 830...860, 860...890, 890...920, 920...950, 950...980, 980...1010, 1010...1040, 1040...1070	АНТ-2	670...750, 750...830, 830...910	АНТ-1	650-710 710-770 770-830 830-890 890-950 950-1010 1010-1070

**ГОСТ 3900-85. Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности. ГОСТ Р 51069-97. Нефть и нефтепродукты. Метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API ареометром.**

<b>Проблема</b>	<b>Решение в ASTM</b>	<b>Опыт</b>
<p>Любая корректировка плотности к 20 °С с использованием таблиц приводит к искажению результатов. При применении ареометров типа АНТ-1 приходится применять цилиндры объемом 1 дм<sup>3</sup>, что приводит к проблеме получения параллельных измерений при работе с ГСО (максимальный объем упаковки ГСО 1,05 дм<sup>3</sup>).</p> <p>В ГОСТ Р 51069-97 "считывают показания шкалы ареометра с точностью до 0,0001 г/см<sup>3</sup>", при этом ареометр имеет цену деления 0,0005 г/см<sup>3</sup>. Визуально разделить деление на пять частей очень сложно</p>	<p>ASTM D 1298</p> <p>Сущность метода: образец продукта доводится до заданной температуры (15 или 20°С), переносится в цилиндр, имеющий приблизительно такую же температуру, погружается ареометр, имеющий приблизительно такую же температуру, После достижения равновесия считываются показания ареометра</p> <p>В ГОСТ не дается значение времени установления равновесия !!! ( улетучивание легких фракций)</p> <p>Высоколетучая сырая нефть (ДНП по Рейду &gt; 50 кПа) перемешивать в закрытом контейнере</p>	<p>Предлагаем определение плотности проводить в термостате, аттестованном на 15 или 20°С без любых пересчетов</p> <p>Стандартные образцы, производства ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб» позволяют определять плотность в условиях повторяемости</p>

## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении кинематической вязкости

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ 33-2000	<p>- к единице измерения времени (с) через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.129-99 ГСИ. «ГПС для средств поверки измерения времени и частоты»</p> <p>- к единице температуры (°C) через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. «ГПС для средств измерения температуры»</p> <p>- к единице вязкости (мм<sup>2</sup>/с) для ньютоновских жидкостей через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.025-96 ГСИ. «ГПС для средств измерения вязкости жидкости»,</p>	<p>строгое соблюдение процедуры измерения по стандартизованной методике ГОСТ 33-2000</p> <p>Калибровка вискозиметров по СТ-НП-ВК</p>	<p>Термостат - к единице температуры (°C) через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ.</p> <p>«ГПС для средств измерения температуры»</p>	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-ВК, СТ-Н-ПВС, СТ-Н-ПВ</p> <p>В условных диапазонах:            До 7 мм<sup>2</sup>/с            7-15мм<sup>2</sup>/с            Более 15мм<sup>2</sup>/с</p>

## ЭТАЛОН ВЯЗКОСТИ НУЛЕВОГО РАЗРЯДА ДЛЯ НЬЮТОНОВСКИХ ЖИДКОСТЕЙ

Набор из 10 стеклянных капиллярных вискозиметров с висячим уровнем.

Диапазон измерений кинематической вязкости

От  $4,0 \cdot 10^{-7}$  до  $1,0 \cdot 10^{-1}$  м<sup>2</sup>/с

Доверительная относительная погрешность ( $\delta_0$ ) эталонов при доверительной вероятности 0,95 0,2 %

У эталонов 1 разряда погрешность не должна превышать 0,4%



- **Изменение № 1 ГОСТ Р 51858—2002 Нефть. Общие технические условия, Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16.08.2005 № 212-ст от 01.01.2006 в части ГОСТ 33**
- **Раздел 2. Исключить ссылки и наименования: «ГОСТ 33-2000 (ИСО 3104-94) Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости**
- **Но и для других объектов не все просто!**
- **14.2 Сходимость  $r$**
- Расхождение результатов двух последовательных определений кинематической вязкости, полученных одним и тем же оператором, работающим на одном и том же приборе при постоянных условиях, на одном и том же продукте при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превысить значение, приведенное в таблице 1, только в одном случае из двадцати.
- **14.3 Воспроизводимость  $R$**
- Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний кинематической вязкости, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превысить значение, приведенное в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

**Таблица 1 ГОСТ 33-2000**

Испытуемый продукт	Определяемость d	Сходимость r	Воспроизводимость R	СКО при $p=20$ $Q=5.33$
1 Базовые масла при 40 и 100 °C <sup>1)</sup>	0,0020y (0,20 %)	0,0011 x (0,11 %)	0,0065x (0,65 %)	<b>0.12%</b>
2 Компаундированные масла при 40 и 100 °C <sup>2)</sup>	0,0013y (0,13 %)	0,0026 x (0,26 %)	0,0076x (0,76 %)	<b>0.14%</b>
3 Компаундированные масла при 150 °C <sup>3)</sup>	0,015y (1,5 %)	0,0056 x (0,56 %)	0,018x (1,8 %)	<b>0.33%</b>
4 Нефтяные парафины при 100 °C <sup>4)</sup>	0,0080 y (0,80 %)	0,0141 x	0,0366x	<b>0.007x</b>
5 Остаточные жидкие топлива (мазуты) при 80 и 100 °C <sup>5)</sup>	0,011 ( y + 8)	0,013 ( x + 8)	0,04 (x + 8)	
6 Остаточные жидкие топлива (мазуты) при 50 °C <sup>5)</sup>	0,017 y (1,7 %)	0,015 x (1,5 %)	0,074x (7,4 %)	<b>1.4%</b>
7 Прочие нефтепродукты	-	0,35 % среднего значения	0,72 % среднего значения	<b>0.13%</b>

При вязкости в дизельном топливе (менее 3 мм<sup>2</sup>/с) СКО должно составить **0,0039 см<sup>2</sup>/с**

Чуть больше эта величина для нефтей с вязкостью до 7 см<sup>2</sup>/с.

**Совершенно не реально получить такие характеристики**

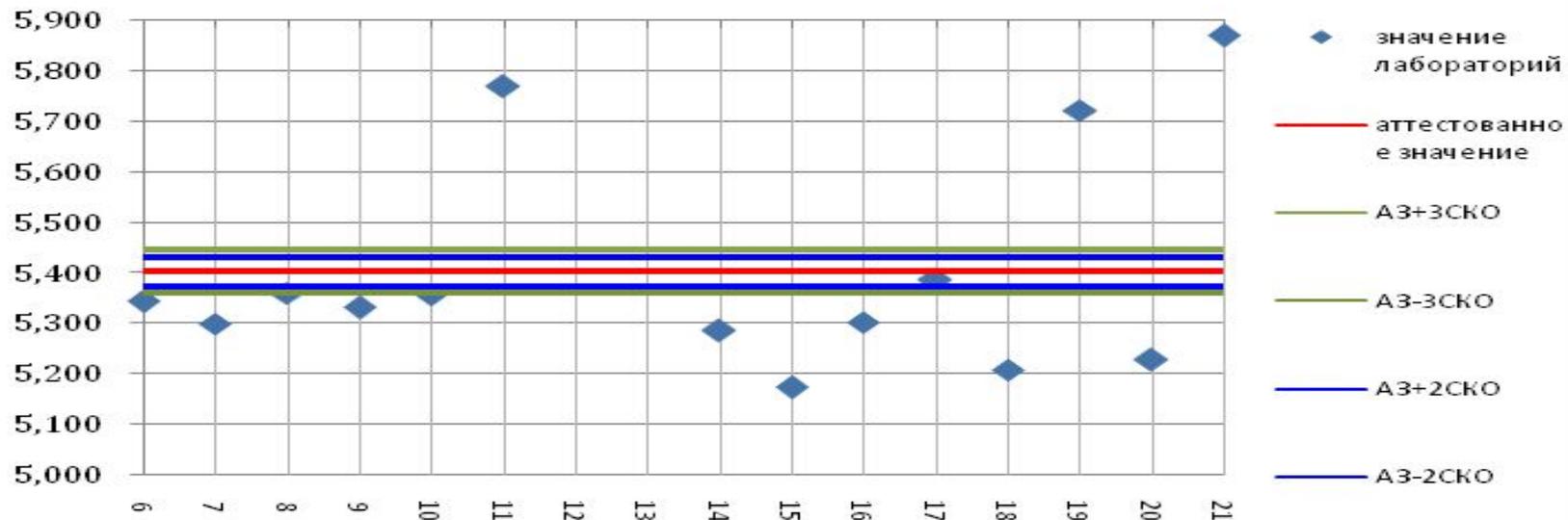
## ГОСТ 33-2000. Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

Проблема	Решение
<p>Метод не предназначен для неньютоновских жидкостей: Нефть Газовый конденсат Дизельное топливо</p> <p>По п. 7.1. "Калибровку поверенных вискозиметров проводят в условиях лаборатории по указанной в стандарте методике." Однако, какова правомочность проведения калибровки в лаборатории не аккредитованной на этот вид деятельности сомнительна.</p> <p>По п. 7.2. "Постоянная вискозиметра С зависит от гравитационного ускорения в месте калибровки...", "Если ускорение силы тяжести <math>g</math> отличается более чем на 0,1 %, постоянную калибровки корректируют по формуле...".</p> <p>Однако при калибровке постоянная вискозиметра только подтверждается, а не присваивается заново, следовательно гравитационное ускорение в месте калибровки не имеет значения.</p> <p>Кроме того, не идентична характеристики точности в табл. 1 и 3 для базовых масел (ньютоновские)</p> <p>R табл1 (при 40oC) (0,65%) R табл1 (при 40oC) (1,0 или 1,2%)</p>	<p>По п. 7.2. "Постоянная вискозиметра С зависит от гравитационного ускорения в месте калибровки...", "Если ускорение силы тяжести <math>g</math> отличается более чем на 0,1 %, постоянную калибровки корректируют по формуле...".</p> <p>В ASTM и в ГОСТ четко указано, что в формуле</p> $C_2 = (G_1 / G_2) * C_1$ <p><math>G_1</math> – соответствует лаборатории стандартизации <math>G_2</math> – тестовой (testing) лаборатории</p> <p>А Вы корректируете постоянную вискозиметра при измерениях в лаборатории?</p> <p>Необходимо установить характеристики точности на СО на адекватной рабочей пробе основе</p>

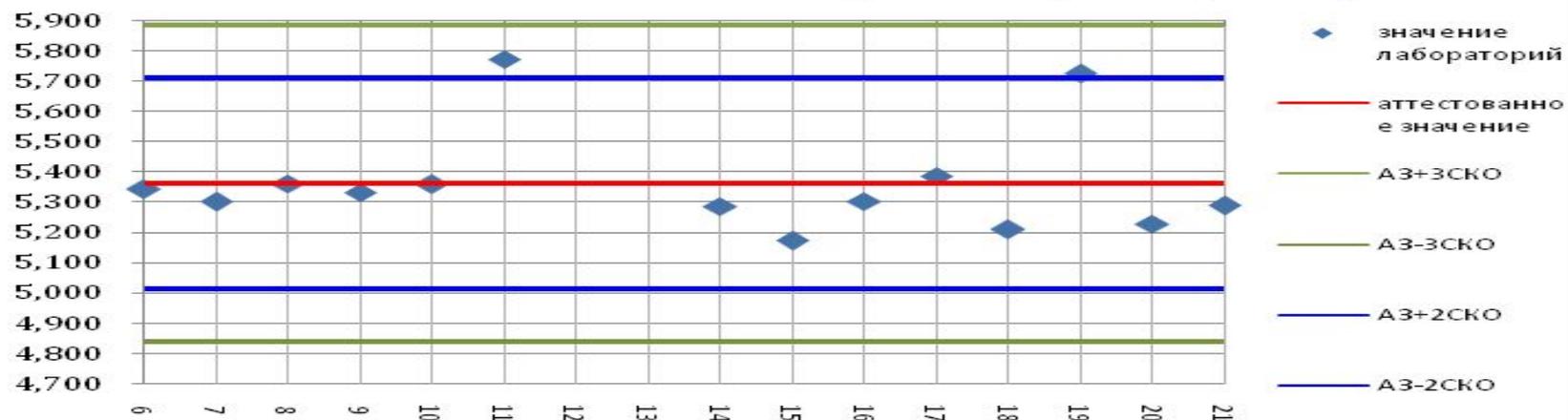
## **ASTM D 445** дает ответы как нужно применять этот метод

- Определение, к какому типу жидкости принадлежит нефть – ньютоновскому или нет, может быть проведено, исходя из самого определения свойств жидкостей. Если при использовании двух вискозиметров с капиллярами разного диаметра получаются различные значения вязкости, это однозначно говорит о том, что жидкость является неньютоновской.
- Для неньютоновских жидкостей в ASTM 445 приведены данные, которые соответствуют «Остаточным жидким топливам» (ОЖТ) в ГОСТ 33.
  - Определяемость для ОЖТ – 1,7%
  - Сходимость для ОЖТ – 1,5%
  - Воспроизводимость для ОЖТ – 7,4%
- Погрешность измерений обусловлена не маркой или принципом действия устройства отсчета времени. Основной вклад в погрешность вносит субъективный фактор, время реакции оператора. Эта погрешность весьма велика.
- Один из путей повышения точности – использование автоматических устройств, которые точно фиксируют прохождение границы жидкости через метку вискозиметра.
- **Практика показывает**, что фильтрование и обезвоживание приводит к искажению результатов испытаний
- Стандартные образцы - имитаторы, производства ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб» производятся на матричной основе – нефти, газовом конденсате, дизельном топливе, конкретных маслах, что позволяет установить характеристики внутрилабораторной прецизионности применительно к объекту испытаний

**Распределение вязкости кинематической в нефти при использовании СКО МСИ R=0,72% среднего (7% удовл)**



**Распределение вязкости кинематической в нефти при использовании СКО МСИ R=9% среднего (92,9% удовл)**



**Обеспечение прослеживаемости измерений при определении содержания серы в нефти (как типовой метод)**

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля для ВЛК
ГОСТ Р 51947—2002 (ограничение содержания воды до 0,5%)	Поверка и градуировка прибора для определения серы (0,015-5,0%) по ГОСТ Р 51947-2002 и паспорту к прибору	п. 6.2 Эталонные материалы (СО на масляной основе разных производителей) в диапазоне: (других производителей) 0,0000-0,0020 0,002-0,0050 0,005-0,010 (СТ-НП-С) 0,01-0,03 (СТ-НП-С) 0,03-0,06 (СТ-НП-С) 0,1-0,5 (СТ-НП-С) 0,5-1,0 (СТ-НП-С) 1,0-2,5 (СТ-НП-С) 2,5-5,0 (СТ-НП-С) <b>или градуировочные смеси по ГОСТ Р 51947</b>	Отсутствует	п. 6.4 Стабильные образцы нефти и нефтепродуктов, типичные для исследуемых образцов: СТ-Н-С, Н-Б, СТ-Н-ПВС

## Обеспечение прослеживаемости измерений при определении содержания серы в нефти

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование
ГОСТ 1437-75 (ограничение содержания серы от 0,1%)	<p>Поверка мерной посуды и весов                      Прослеживаемость                      --к единице массы (г) посредством использования при измерениях поверенных весов, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.021-2005 ГСИ. «ГПС для средств измерения массы»</p> <p>-- к единице объема (м3) посредством использования при измерениях поверенных мерных бюреток, цилиндров, пипеток, АКОВ, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «ГПС для средств измерений объема жидкости»</p>	Отсутствует	Стабильные образцы нефти и нефтепродуктов, типичные для исследуемых образцов: СТ-Н-С, Н-Б, СТ-Н-ПВС

## Многочисленность НД на определение серы

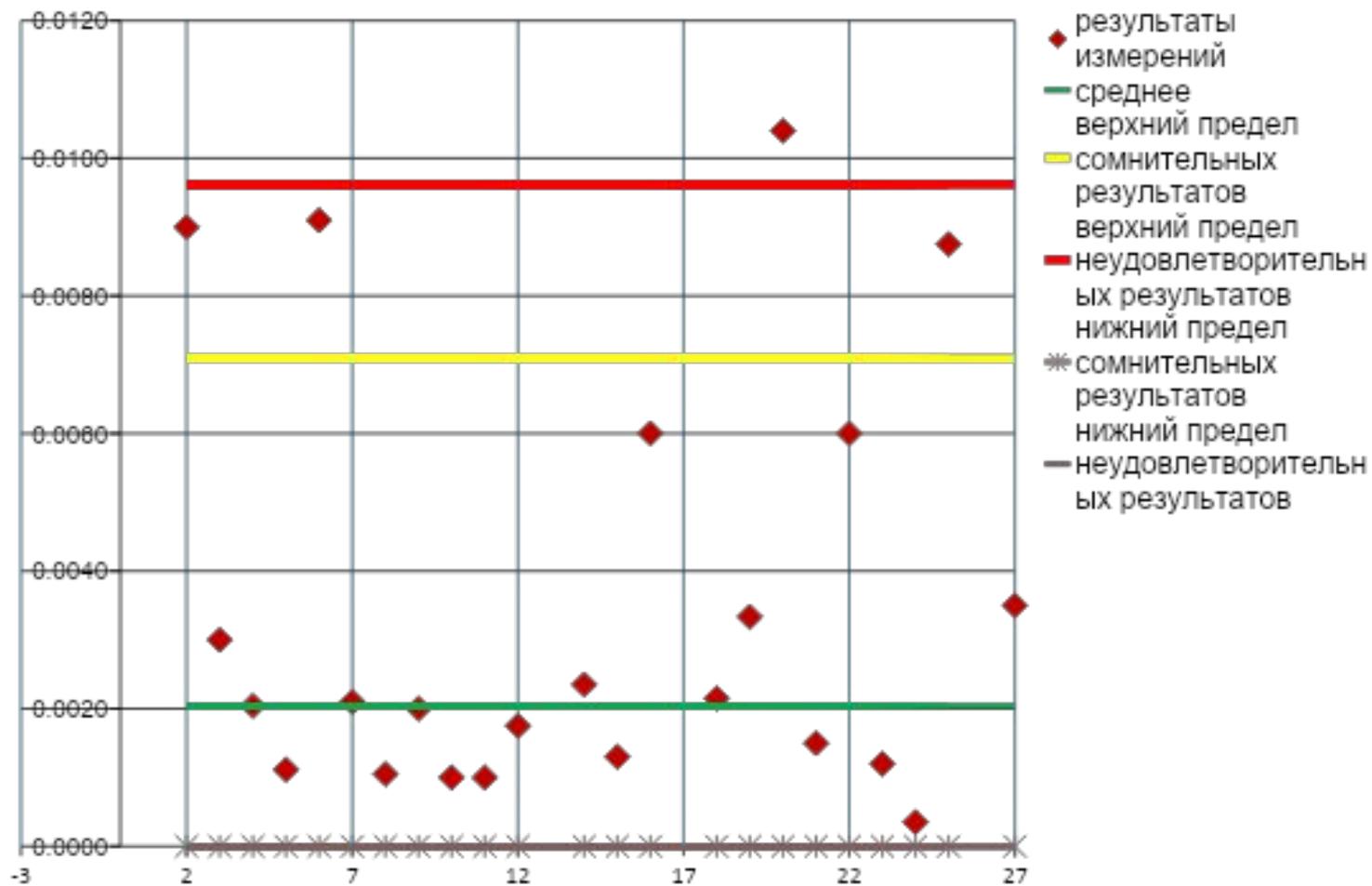
Наименование НД	Диапазон определения серы	Реактивное топливо, авиационный бензин		Погрешность к значению 0,002%	Мазут		бензин автомобильный		Погрешность к значению 0,002%	дизельное топливо		Погрешность к значению 0,002%
		г	R		г	R	г	R		г	R	
ГОСТ Р ЕН ИСО 20846-2006 Нефтепродукты. Определение серы методом ультрафиолетовой флуоресценции	0,003-0,06%						(0,0631 X+0,35)/100	(0,1749 X+0,96)/100	0,009603498	(0,0553 X+0,55)/100	(0,1120 X+1,12)/100	0,01120224
	0,06-0,5						(0,0417 X+1)/100	(0,1573 X+2)/100		(0,0285 X+2)/100	(0,1080+2)/100	
ГОСТ Р 52660-2006 (ЕН ИСО 20884-2004) Топлива автомобильные. Метод определения серы рентгенофлуоресцентной спектрометрией с дисперсией по длине волны	0,005-0,06%						(1,7+0,0248 X)/100	(1,9+0,1201 X)/100	0,019002402	(1,7+0,0248 X)/100	(1,9+0,1201 X)/100	0,019002402
	0,06-0,5						4,0/100	(4,6+0,075 X)/100		4,0/100	(4,6+0,075 X)/100	
ГОСТ Р 51947-2002 Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии	0,0150-5,0%						0,02894(X+0,1691)	0,1215(X+0,0555)		0,02894(X+0,1691)	0,1215(X+0,0555)	
ГОСТ 1437-75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения серы (мазут)	0,1-1,0%				0,05	0,2						
	1,0-2,0				0,05	0,25						
	2,0-3,0				0,1	0,3						
	3,0-5,0				0,1	0,45						
ГОСТ Р 51859-2002 Нефтепродукты. Определение серы ламповым методом	0,01-0,4%	0,01%	0,01+0,025 X									
ГОСТ Р 53203-2008 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЫ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ДИСПЕРСИЕЙ ПО ДЛИНЕ ВОЛНЫ	0,008 - 5,3						0,02851 X <sup>0,9</sup>	0,0913X <sup>0,9</sup>				
	0,0003 - 0,093						0,00736(X+0,0002) <sup>0,4</sup>	0,0105(X+0,0002) <sup>0,4</sup>				
	0,0024 - 0,0080						0,02438(X+0,012469),	0,04795(X+0,012469),				

**ГОСТ 1437-75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения серы. ГОСТ Р 51947-2002. Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектроскопии**

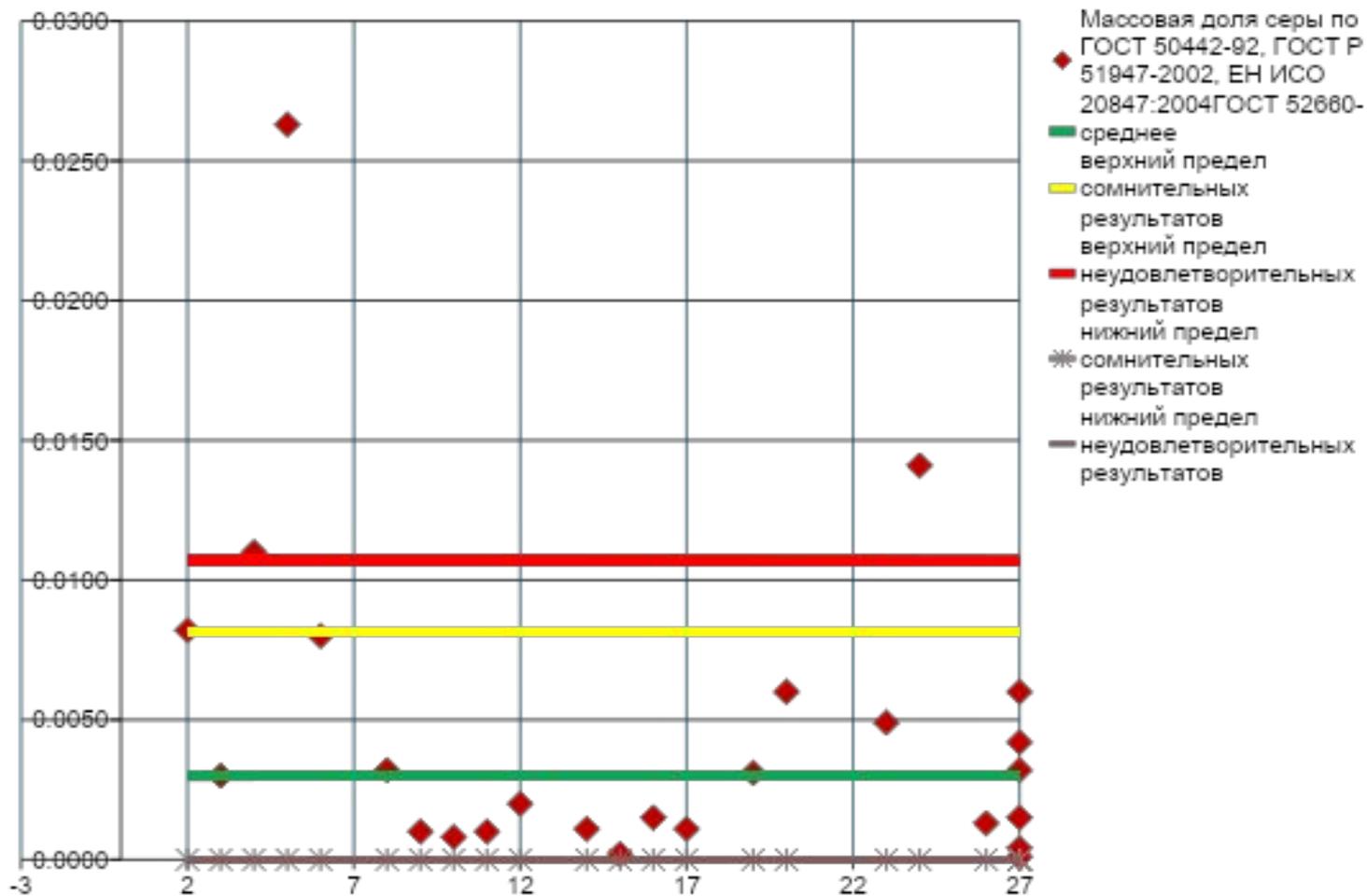
<b>Проблема</b>	<b>Решение в ASTM</b>	<b>Опыт</b>
<p>С 01.01.2006 г. арбитражным методом является определение серы в нефти по ГОСТ Р 51947-2002, который ограничивает его использование при содержании воды более 0,5%. При этом не определена процедура подготовки проб к испытанию при содержании воды более 0,5%.</p> <p>В этом случае остается использовать ГОСТ 1437-75.</p> <p>Кроме того, при испытаниях нефтей с большим давлением насыщенных паров по Рейду, герметичные кюветы с натянутой пленкой просто распирает и, как следствие, искажается результат измерений.</p>	<p>ASTM D 4294 Определена процедура подготовки пробы</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- воду удаляют центрифугированием</li><li>- образец встряхивают и сразу проводят измерение во избежание осаждения воды на пленке</li></ul> <p>По ASTM при измерении летучих образцов нужно протыкать иглой отверстие сверху ячейки с образцом</p>	<p>В стандартных образцах, производства ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб» содержание воды не превышает допустимого в методике, рассчитаны на определение обоими методами. В паспорте приведены результаты МСИ того и другого метода</p>

- 50% участников МСИ
- Неуверенно лаборатории определяют **массовую долю серы** в контрольных образцах для МСИ бензина автомобильного и дизельного топлива **с низким содержанием этого показателя** по ГОСТ Р 51947.
- И этому есть объяснение - ограничен нижний диапазон содержания этого показателя. Для дальнейшего использования этой методики необходимо получить как минимум внутрिलाбораторные характеристики в диапазоне с неустановленными характеристиками погрешности, либо использовать другую методику, допущенную к применению Техническим регламентом на топлива.

## Распределение результатов при определении содержания серы в бензине автомобильном ГОСТ Р 51947, ГОСТ Р 52660, ГОСТ 13380



## Распределение результатов при определении содержания серы в дизельном топливе



## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении давления насыщенных паров

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
<p>ГОСТ 1756-2000, ГОСТ Р 52340-2005, ASTM 323-99A</p>	<p>- к единице давления (кПа) посредством использования при измерениях поверенных манометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.017-79 ГСИ. Государственный первичный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений избыточного давления до 250 МПа.</p> <p>- к единице температуры (°С) посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. «ГПС для средств измерения температуры»</p>	<p>СТ-НП-ДНП – градуировка манометров в межповерочный интервал</p>	<p>Термостат - к единице температуры (°С) посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. «ГПС для средств измерения температуры»</p>	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-ДНП, Н-ДНП В диапазонах: 0-35 35-110</p>

**ГОСТ 1756-2000. Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров.**  
**ГОСТ Р 52340-2005 Нефть. Определение давления паров методом расширения.**

<b>Проблема</b>	<b>Опыт</b>
<p>По п. 7.4. ГОСТ 1756-2000 "манометр сразу снимают и проверяют его показание по манометру, показывающего давление пара по Рейду. Допускается проводить испытания без сличения с ртутным или деформационным образцовым манометром.</p> <p>В этом случае не реже 1 раза в квартал проверяют аппарат с испытанием не менее двух типов стандартных образцов". С внедрением процедур контроля стабильности результатов испытаний по алгоритмам РМГ 76 в лабораториях на коммерческих узлах учета нефти семь раз в месяц проводятся контрольные процедуры с использованием ГСО. Есть ли необходимость сличения манометра в этом случае?</p> <p>Прописано использование СО только одной компании - Интегрсо</p>	<p>Стандартные образцы, производства ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб» рассчитаны на определение методами по ГОСТ 1756-2000, ГОСТ Р 52340-2005, ASTM 323-99.</p> <p>Для всех методов приведены аттестованные значения СО данные межлабораторных сравнительных испытаний.</p> <p>СО на стабильной основе предназначены для градуировки манометров в межповерочный интервал.</p>
<p>В ГОСТ Р 52340-2005 приписана повторяемость результатов измерений, в приложении дано СКО воспроизводимости, определенное по данным межлабораторных испытаний. Эти две величины не сопоставимые по значению.</p>	<p>Необходимо получение характеристик внутрилабораторной прецизионности для использования этого метода с применением СО</p>

## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении фракционного состава

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ 2177-99	<p>Термометр, мерная посуда -к единице объема (мЗ) посредством использования при измерениях поверенных мерных бюреток, цилиндров, пипеток, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «ГПС для средств измерений объема жидкости,</p> <p>-- к единице температуры (°С) посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. ГПС для средств измерения температуры</p>	отсутствует	Автомат ФС должен быть настроен по СО типичных для исследуемых образцов	Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-ФС Н-ФСП Диапазон в методике не установлен.

## ГОСТ 2177-99 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава., метод Б

Проблема	Решение в ASTM	Опыт
<p>В соответствии с п. 6.2.3.3. " При наливе в колбу нефтепродукт должен иметь температуру <math>(20\pm3)</math> °С. Для парафинистых нефтей и жидких парафинов температура при наливе в колбу должна быть <math>(33\pm3)</math> °С."</p> <p>В п. 6.2.4.2. " При перегонке парафинистых нефтей при достижении 250 °С температуру воды в холодильнике доводят до 50 °С, добавляя в нее горячую воду."</p> <p>Однако нигде не определен термин "парафинистая нефть". Кроме того не определено в течении какого времени необходимо довести температуру воды в холодильнике до 50 °С?</p>	<p>ASTM D 86</p> <p>При наливе в колбу основным критерием должен быть полный перенос пробы нефти. При достижении 250°С необходимо менять холодную воду в холодильнике на горячую. Основная цель – предотвращение осаждения парафинов в холодильнике.</p> <p>Если при сличении результатов двух разгонок, выполненных при различных температурах холодильника, выявляются различия, это говорит о наличии парафинов, вымораживающихся в холодильнике</p>	<p>Опыт показывает, что нагрев пробы до 33°С или разгонка ее при комнатной температуре не влияют на результат измерений.</p> <p>Замена воды в конденсаторе с 0-6°С до 50°С не влияют на выход фракций нефти, в случае регулярной очистки стока от парафинов</p>

## ГОСТ 2177-99 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава

Проблема	Опыт
<p>В соответствии с п. 6.2.2.1. "Перед перегонкой нефтепродукты обезвоживают. При большом содержании воды нефтепродукт отстаивают и сливают, затем обезвоживают" Обводненную нефть или темный нефтепродукт смешивают с деэмульсатором в герметично закрытом сосуде и нагревают до 40—60 °С. Выдерживают при этой температуре 1,5—2,0 ч и охлаждают до 20 °С, не открывая сосуда, чтобы избежать потерь легких фракций. При перегонке допускается воды в нефти не более 0,1—0,2 %, определенной в соответствии с ГОСТ 2477." Не определено количество деэмульгатора (или его раствора). Что далее происходит с обезвоженной пробой (декатируется, фильтруется и т.п.)?</p>	<p>Установить перечень деэмульсаторов, разрешенных к применению, с изучением влияющих факторов его применения на изменение аттестованного значения, необходимое и достаточное количество деэмульсатора, в зависимости от его вида и способ разделения фаз вода-нефть</p>
<p>В п.6.3.1. определено время от момента нагрева до начала кипения (5-10 минут). Практика показывает, что такой допустимый временной интервал дает разброс температуры начала кипения, при других равных условиях, приблизительно 10°С. в п. 6.3.3. "При перегонке нефти скорость отгона вначале должна быть 2—5 см<sup>3</sup> в минуту, а затем 2—2,5 см<sup>3</sup> в 1 мин (одна капля в 1 с)." Не ясно когда наступает момент " а затем " ?</p> <p>При внесении поправки в показания термометра на барометрическое давление расчет по формуле (1) п.5.5.4. не совпадает с данными таблицы 5 п. 6.4.4.1.</p>	<p>Рекомендовано лабораториям проводить испытания при нормальном атмосферном давлении, используя срединные значения интервалов условий, предложенных в методике</p>

## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении массовой доли парафина

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства поверки (в том числе СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ 11821-85	<p>Термометр, мерная посуда  <span style="color: blue;">-к единице объема (м<sup>3</sup>)</span>                      посредством использования при измерениях поверенных мерных бюреток, цилиндров, пипеток, АКОВ, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «ГПС для средств измерений объема жидкости,</p> <p><span style="color: blue;">-- к единице температуры (°C)</span>                      посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. ГПС для средств измерения температуры</p>	отсутствует	<p>Криотермостат                      -- к единице температуры (°C)                      посредством использования при измерениях поверенных термометров, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.558-93 ГСИ. ГПС для средств измерения температуры</p> <p>Проверка работоспособности комплекса СТ-Н-П Н-ФСП</p>	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-П Н-ФСП</p> <p>Диапазоны методики:</p> <p>До 1,5%</p> <p>1,5-6,0%</p> <p>Более 6%</p>

## ГОСТ 11851-85 Нефть. Метод определения парафина.

<b>Проблема</b>	<b>Путь решения</b>
<p>Метод А в п.2.4.3. По приписанным характеристикам погрешности невозможно задать пределы для контроля стабильности результатов методики:</p> <p>«Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице 3.</p> <p>Массовая доля парафина в нефти, %Допускаемые расхождения</p> <p>До 20,2% от массы фракции (250-550°С)</p> <p>Св. 210% от меньшего результата по первому пункту</p> <p>До 2 – эта характеристика промежуточной стадии - получения нефти, хотя обработка результатов предполагает расчет доли парафина в нефти</p>	<p>Полученные путем межлабораторных сравнительных испытаний данные об испытании содержания парафина в нефти по методам А и Б ГОСТ 11851 сопоставимы с результатами, полученными по «Методике выполнения измерений массовых концентраций асфальтенов, смол и парафина в нефти Методика М 01-12-81.</p> <p>При содержании парафина 1,05%, 3,6%, 6,0% погрешность измерений не превышает 30% по сравнению с 49%, приписанными методике</p>

## Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении массовой доли органических хлоридов

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ Р 52247-2004	<p>строгое соблюдение процедуры измерения по стандартизированной методике            СТ-Н-ХО, Н-ХО, ГК-ХО (в нефти)            - к единице объема (м<sup>3</sup>)            посредством использования при измерениях поверенных мерных бюреток, цилиндров, пипеток, АКОВ, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «ГПС для средств измерений объема жидкости»</p>	СТ-Н-ХО, Н-ХО, ГК-ХО (в нефти)	отсутствует	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов            СТ-Н-ХО, Н-ХО, ГК-ХО (в нефти)            без диапазона</p>

## ГОСТ Р 52274-2004 Нефть. Методы определения хлорорганических соединений

Проблема	Путь решения
<p>Область применения ГОСТ Р 52274-2004 года «устанавливает три метода определения хлорорганических соединений (свыше 1 мкг/г органически связанного хлора) в нефти».</p> <p>Изменение №1 к этому национальному стандарту в этот пункт корректировку не внесло.</p>	
<p>В ТУ на нефть приведены показатели содержания органических хлоридов в нефти. Метод определения предполагает обнаружение этих соединений в нефти.</p>	
<p>Градуировку предполагается проводить по добавке.</p> <p>Количественная добавка в нефть дает погрешность до 80%, в связи с образованием азеотропа с водой в нефти хлорбензола в нефть</p>	<p>В стандартных образцах, производства ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб» представлены данные на определение содержания хлорорганических соединений в нефти и нефти</p>

## Обеспечение единства измерений при измерении массовой доли сероводорода и меркаптанов

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ Р 50802-95	<p>строгое соблюдение процедуры измерения по стандартизованной методике</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- к единице массы (г) посредством использования при измерениях поверенных весов, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.021-2005 ГСИ. «ГПС для средств измерения массы»</li> <li>- к единице объема (м<sup>3</sup>) посредством использования при измерениях поверенных шприцев через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ. «ГПС для средств измерений объема жидкости»</li> <li>- к единице измерения времени (с) через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.129-99 ГСИ. «ГПС для средств поверки измерения времени и частоты»</li> </ul>	<p>Поверочные газовые смеси меркаптаны (метилмеркаптан [CH<sub>3</sub>SH], этилмеркаптан [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SH], пропилмеркаптан [C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>SH], бутилмеркаптан [C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>S]) сероводород [H<sub>2</sub>S]</p>	отсутствует	<p>Поверочные газовые смеси меркаптаны (метилмеркаптан [CH<sub>3</sub>SH], этилмеркаптан [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SH], пропилмеркаптан [C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>SH], бутилмеркаптан [C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>S]) сероводород [H<sub>2</sub>S]</p>

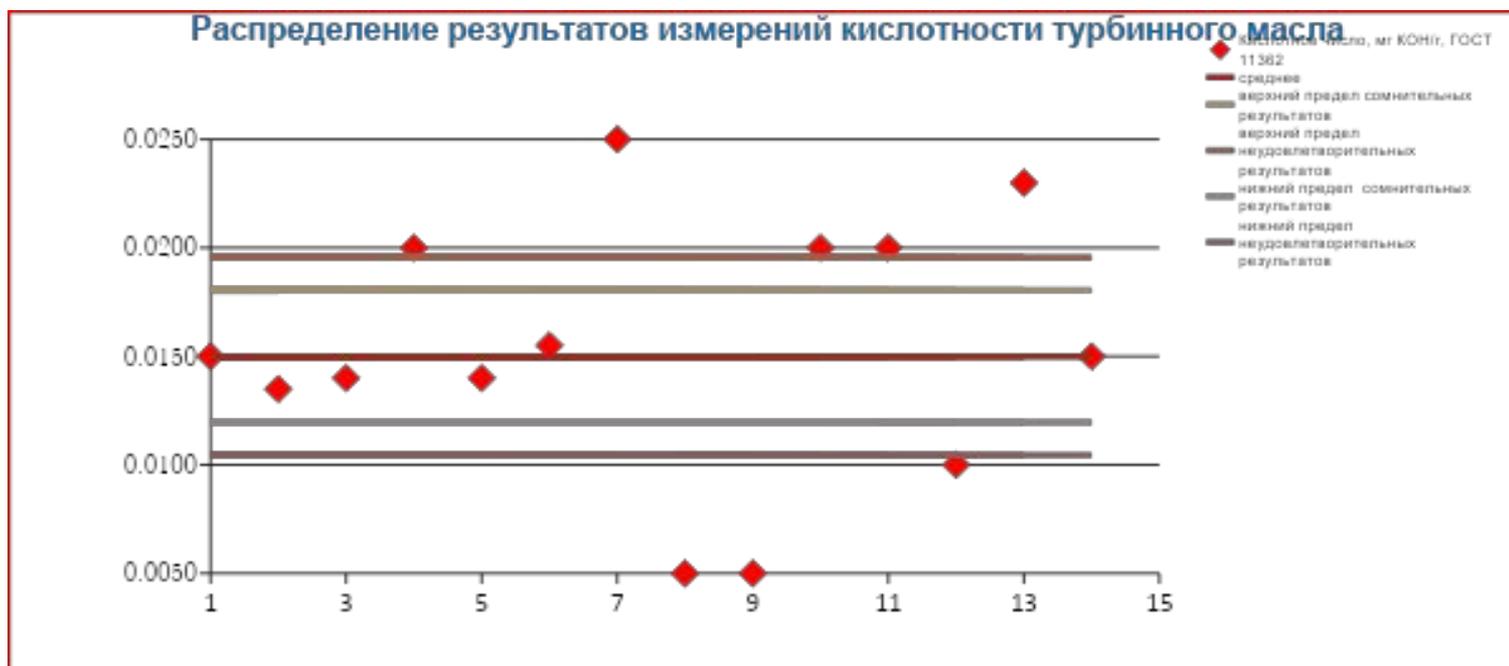
**ГОСТ Р 50802-95 Нефть. Методы определения сероводорода, этил- и метилмеркаптанов.**

<b>Проблема</b>	<b>Путь решения</b>
<p>Градуировка прибора и внутрилабораторный контроль показателей производится по поверочной газовой смеси, эти данные, однако, должны быть применены к объекту нефть (матрицы разные). Кроме того при вводе пробы используются различные дозирующие устройства для пробы и ПГС, а иногда и разные инжекторы (зависит от конструкции хроматографа).</p>	<p>ЗАО «Сибтехнология» разработан, прошел межлабораторные сравнительные испытания образец массовой доли этилмеркаптана в нефти</p> <p style="text-align: center;">ОК -Н-МСН</p> <p style="text-align: center;">Контрольный образец массовой доли меркаптановой серы в нефти Испытание образца проводят по п. 6 ГОСТ Р 50802-95 Отбор проводят шприцем из виалы</p> <p style="text-align: center;">В диапазонах: 2,0-3,0 млн<sup>-1</sup>; 3,0-10,0 млн<sup>-1</sup>; 10,0-30,0 млн<sup>-1</sup>; 30,0-50,0 млн<sup>-1</sup>; 50,0-100,0 млн<sup>-1</sup>; 100,0-150,0 млн<sup>-1</sup>; 150,0-200,0 млн<sup>-1</sup></p>

## СОДЕРЖАНИЕ ВОДОРАСТВОРИМЫХ КИСЛОТ И ЩЕЛОЧЕЙ

- Масло промышленное Масло трансформаторное Масло компрессорное Содержание водорастворимых кислот и щелочей в маслах щелочной очистки 0-14 ед рН ГОСТ 6307-75
- Образец СО называется РН водной вытяжки

- **КИСЛОТНОЕ ЧИСЛО, ЩЕЛОЧНОЕ ЧИСЛО**
- Результаты, выполненные в одной лаборатории в условиях внутрिलाбораторной прецизионности, **при определении кислотного числа** одного и того же объекта с использованием разных индикаторов по ГОСТ 5985 и вольтамперометрического метода по ГОСТ 11362 разнятся примерно в 5раз. Эта тенденция наблюдается в территориально удаленных друг от друга. Обусловлено это тем, что метод предполагает определение соединений с карбоксильной группой (что положено в основу используемых на рынке СО - имитаторов), однако на практике присадки (обуславливающие кислотность) содержат иные группы.



**Обеспечение прослеживаемости измерений при измерении массовой доли органических хлоридов**

НД на метод испытания	Средство измерения (поверочная схема)	Средства градуировки и проверки работоспособности комплекса (СО)	Испытательное оборудование	Образцы для контроля
ГОСТ Р 52247-2004	<p>строгое соблюдение процедуры измерения по стандартизированной методике СТ-Н-ХО, Н-ХО, ГК-ХО (в нефти)</p> <p>- к единице объема (м<sup>3</sup>) посредством использования при измерениях поверенных мерных бюреток, цилиндров, пипеток, АКОВ, через непрерывную цепь поверок, в соответствии ГОСТ 8.470-82 ГСИ.</p> <p>«ГПС для средств измерений объема жидкости»</p>	СТ-Н-ХО, Н-ХО, ГК-ХО (в нефти)	отсутствует	<p>Стабильные образцы нефти, типичные для исследуемых образцов СТ-Н-ХО, Н-ХО, ГК-ХО (в нефти)</p> <p>без диапазона</p>

ГОСТ Р 52274-2004 Нефть. Методы определения хлорорганических соединений

Проблема	Путь решения
<p>Область применения ГОСТ Р 52247-2004 года «устанавливает три метода определения хлорорганических соединений (свыше 1 мкг/г органически связанного хлора) в нефти».</p> <p>Изменение №1 к этому национальному стандарту в этот пункт корректировку не внесло.</p>	
<p>В ТУ на нефть приведены показатели содержания органических хлоридов в нефти.</p> <p>Метод определения предполагает обнаружение этих соединений в нефти.</p>	
<p>Градуировку предполагается проводить по добавке.</p> <p>Количественная добавка в нефть дает погрешность до 80%, в связи с образованием азеотропа с водой в нефти хлорбензола в нефть</p>	<p>В стандартных образцах, производства ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб» представлены данные на определение содержания хлорорганических соединений в нефти и нафте</p>

- Другие проблемы испытаний рассмотрим в Итогах проведения МСИ

## Выведены характеристики точности некоторых методов

Предельная температура фильтруемости	$R_{\text{МВИ}} = 2^{\circ}\text{C}$	$R_{\text{атг}} = 6,3^{\circ}\text{C}$
Температура застывания	$R_{\text{МВИ}} = 8^{\circ}\text{C}$	$R_{\text{атг}} = 7^{\circ}\text{C}$
Температура помутнения	$R_{\text{МВИ}} = 3^{\circ}\text{C}$	$R_{\text{атг}} = 8^{\circ}\text{C}$
Йодное число	$R_{\text{МВИ}} = 0,15\%$ среднего значения	$R_{\text{атг}} = 100\%$ среднего значения
Кислотность (дизельное топливо)	$R_{\text{МВИ}} =$ для значения более 1,0 не установлена	$R_{\text{атг}} = 80\%$ среднего значения

**Спасибо за внимание**