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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33361— 2022

НЕФТЬ

Определение давления паров методом расширения

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

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 Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» 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 30 сентября 2022 г. № 154-П)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 октября 2022 г. № 1120-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33361—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D6377—20 «Стандартный метод определения давления паров нефти: VPCRx (метод расширения)» [«Standard test method for determination of vapor pressure of crude oil: VPCRx (expansion method)», IDT].

Стандарт ASTM 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 ASTM 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.

Дополнительные сноски в тексте стандарта, выделенные курсивом, приведены для пояснения текста оригинала

6 ВЗАМЕН ГОСТ 33361—2015

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022



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 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 3
5 Назначение и применение 3
6 Аппаратура 3
7 Реактивы и материалы 4
8 Отбор и ввод пробы 5
9 Подготовка аппаратуры 6
10 Калибровка 7
11 Проверки контроля качества 7
12 Проведение испытания 8
13 Протокол испытаний 9
14 Прецизионность и смещение 9
Приложение X1 (справочное) Относительное смещение по сравнению с методом по ASTM D323 . . . 11
Приложение X2 (справочное) Давление паров нефти в зависимости от температуры 12
Приложение X3 (справочное) Давление паров нефти в зависимости от соотношения объема паровой и жидкой фаз (V/L) 13
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам 14

Поправка к ГОСТ 33361—2022 Нефть. Определение давления паров методом расширения

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 9 2023 г.)

Поправка к ГОСТ 33361—2022 Нефть. Определение давления паров методом расширения

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 5 2025 г.)

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

НЕФТЬ

Определение давления паров методом расширения

Crude oil.
Determination of vapor pressure by expansion method

Дата введения — 2023—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения давления насыщенных паров нефти ($VPCR_X$) в диапазоне от 25 до 180 кПа при температуре 37,8 °С с соотношением объемов паровой и жидкой фаз от 4:1 до 0,02:1 (X может изменяться от 4 до 0,02) с помощью автоматических приборов.

Примечание 1 — Допускается применять метод для определения давления насыщенных паров нефти при температуре от 0 °С до 100 °С и давлении до 500 кПа, но для таких условий показатели прецизионности и смещения (см. раздел 14) не установлены. В разделе 14 приведена прецизионность для соотношения пар:жидкость 0,02:4.

1.2 При надлежащем обращении с пробами, их передаче и соблюдении процедур анализа настоящий метод обеспечивает определение давления насыщенных паров образцов нефти с температурой застывания выше 15 °С*.

1.3 Значения, указанные в единицах системы СИ, считают стандартными. Другие единицы измерения в настоящий стандарт не включены.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Специальные указания по технике безопасности приведены в 7.2.1—7.3.2.

1.5 Настоящий стандарт разработан в соответствии с международно признанными принципами стандартизации, установленными в Решении о принципах разработки международных стандартов, руководств и рекомендаций Комитета Всемирной торговой организации по техническим барьерам в торговле (ВТО).

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)]:

* *При осуществлении оценки соответствия требованиям ТР ЕАЭС 045/2017 допускается применять настоящий метод определения для нефти с температурой застывания ниже 10 °С.*

Издание официальное

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D323, Test method for vapor pressure of petroleum products (Reid method) [Метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (метод Рейда)]

ASTM D2892, Test method for distillation of crude petroleum (15-theoretical plate column) [Метод перегонки нефти (колонка с 15 теоретическими тарелками)]

ASTM D3700, Standard practice for obtaining LPG samples using a floating piston cylinder (Стандартная практика по отбору проб сжиженного нефтяного газа с использованием цилиндра с плавающим поршнем)

ASTM D4057, Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Стандартная практика по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D4177, Standard practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Стандартная практика по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D5191, Test method for vapor pressure of petroleum products and liquid fuels (mini method) [Метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов и жидких топлив (мини метод)]

ASTM D5853, Test method for pour point of crude oils (Метод определения температуры застывания нефти)

ASTM D6708, Standard practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of a material (Практика по статистической оценке и совершенствованию ожидаемого согласования результатов двух методов испытаний, предназначенных для определения одного и того же свойства материала)

ASTM D7975, Test method for determination of vapor pressure of crude oil: VPCRx-F(*Tm* °C) (manual expansion field method) [Метод определения давления насыщенных паров нефти: VPCRx-F(*Tm* °C) (метод ручного расширения поля)]

ASTM D8009, Standard practice for manual piston cylinder sampling for volatile crude oils, condensates, and liquid petroleum products (Стандартная практика по ручному отбору проб из поршневого цилиндра летучих масел, конденсатов и жидких нефтепродуктов)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **платиновый термометр сопротивления** (platinum resistance thermometer): Устройство измерения температуры, в котором используется платиновая проволока определенной длины, электрическое сопротивление которой изменяется в зависимости от температуры.

3.1.2 **соотношение объемов паровой и жидкой фаз;** V/L [vapor-liquid ratio (V/L)]: Соотношение объема паровой фазы к объему жидкой фазы образца для испытаний, находящихся в равновесии в установленных условиях.

3.2 Определения специальных терминов, используемых в настоящем стандарте

3.2.1 **стабилизированная нефть** (dead crude oil): Нефть с достаточно низким давлением насыщенных паров, пробы которой не вскипают при нормальном атмосферном давлении и температуре окружающей среды.

3.2.1.1 **Пояснение** — Для отбора проб и обращения со стабилизированными нефтями можно использовать стандартные контейнеры для проб, например банки, и т. д.

3.2.2 **нестабилизированная нефть** (live crude oil): Нефть с достаточно высоким давлением насыщенных паров, пробы которой вскипают при нормальном атмосферном давлении и температуре окружающей среды.

3.2.2.1 **Пояснение** — Для отбора проб и обращения с нестабилизированными нефтями необходимо использовать только системы отбора и контейнеры под давлением для обеспечения однородности пробы и предотвращения потерь летучих компонентов.

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.asgost.e-ecolog.ru ое поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru Информация о томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Annual Book of ASTM Standards) приведена на странице сводной информации о стандарте на сайте ASTM.

3.2.3 **эквивалентное давление насыщенных паров по Рейду;** RVPE [Reid vapor pressure equivalent (RVPE)]: Значение, вычисляемое по уравнению корреляции [см. формулу (X1.1)], используя $VPCR_4$ при температуре 37,8 °С, которое соответствует значению давления паров, полученному по ASTM D323.

3.2.3.1 **Пояснение** — Формулу (X1.1) для определения RVPE можно использовать не для всех нефтей, поэтому в качестве результата для образца нефти рекомендуется в отчете указывать $VPCR_4$ (37,8 °С) [см. 14.3 и X1.2 (приложение X1)].

3.2.4 **давление насыщенных паров нефти;** $VPCR_X$ [vapor pressure of crude oil ($VPCR_X$)]: Давление в вакуумированной камере, создаваемое парами стабилизированной или нестабилизированной нефти, которое может содержать газ, воздух или воду по отдельности или вместе при соотношении объемов паровой и жидкой фаз X:1 (X может изменяться от 4 до 0,02).

3.3 Сокращения

3.3.1 ARV — принятое опорное значение.

3.3.2 RVPE — эквивалентное давление насыщенных паров по Рейду.

3.3.3 V/L — соотношение объемов паровой и жидкой фаз.

3.3.4 $VPCR_X$ — давление насыщенных паров нефти при соотношении объемов паровой и жидкой фаз X.

4 Сущность метода

4.1 Отбирают образец определенного объема из контейнера для проб и вводят в измерительную терморегулируемую камеру с подвижным поршнем при температуре 20 °С или выше. После герметизации увеличивают объем камеры за счет перемещения поршня до конечного объема, соответствующего требуемому соотношению V/L. Затем регулируют температуру измерительной камеры.

4.2 После достижения равновесия температуры и давления записывают измеренное давление как давление насыщенных паров $VPCR_X$ испытуемого образца нефти. При измерении испытуемый образец перемешивают встряхиванием измерительной камеры от 5 до 30 мин для достижения равновесия давления.

4.3 Для получения результатов, соответствующих результатам, полученным по ASTM D323, конечный объем измерительной камеры должен в пять раз превышать объем испытуемого образца, а температура измерения должна составлять 37,8 °С.

5 Назначение и применение

5.1 Давление насыщенных паров нефти при разных соотношениях V/L является важным физическим свойством для транспортирования и хранения.

Примечание 2 — Соотношение V/L 0,02:1 (X = 0,02) примерно соответствует условиям транспортирования нефти в танкере.

5.2 Давление насыщенных паров нефти является важным показателем для предприятий, осуществляющих добычу и/или переработку нефти.

5.3 Значение давления насыщенных паров нефти при соотношении V/L 4:1 и температуре 37,8 °С ($VPCR_4$), определенное по настоящему стандарту, сопоставимо со значением давления насыщенных паров, определенным для такого же продукта по ASTM D323 (см. приложение X1).

5.4 Не следует проводить насыщение нефти воздухом, чтобы избежать потенциальной потери паров. Однако насыщение охлажденной поверочной жидкости воздухом обязательно (см. 7.2 и раздел 11).

5.5 Настоящий метод испытаний можно применять для поточных измерений.

6 Аппаратура

6.1 Используют аппаратуру, состоящую из измерительной камеры цилиндрической формы небольшой вместимости и устройства регулирования температуры камеры в диапазоне от 0 °С до 100 °С. Ввод образца в измерительную камеру и увеличение объема камеры до требуемого соотношения V/L выполняют с помощью подвижного поршня, при нахождении которого в самом нижнем положении ми-

нимальный «мертвый» объем камеры должен быть менее 1 % общего объема камеры. Поршень должен иметь встроенный датчик статического давления. Измерительная камера должна быть оснащена впускным и выпускным клапанами для ввода и удаления образца. Для предотвращения конденсации и испарения поршень и клапаны должны находиться при той же температуре, что и измерительная камера.

6.1.1 Измерительная камера должна быть рассчитана на общую вместимость от 5 до 15 $см^3$ и должна обеспечивать поддержание соотношения объемов паровой и жидкой фаз V/L от 4:1 до 0,02:1. Соотношение V/L регулируют с точностью до 0,01.

Примечание 3 — Для определения показателей прецизионности и смещения использовали измерительные камеры из никелированного алюминия, нержавеющей стали и латуни общей вместимостью 5 $см^3$. Можно использовать измерительные камеры другой конструкции вместимостью более 5 $см^3$, но в этом случае показатели прецизионности и смещения (см. раздел 14) могут быть не применимы.

6.1.2 Датчик давления должен иметь минимальный рабочий диапазон от 0 до 500 кПа, разрешение не более 0,1 кПа и погрешность не более ±0,5 кПа. Система измерения давления должна иметь электронные устройства и устройства считывания для отображения результатов измерения давления.

6.1.3 При проведении испытания для поддержания в измерительной камере заданной температуры в пределах ±0,1 °С на протяжении всего испытания следует использовать электронное регулирование температуры.

6.1.4 Для измерения температуры в измерительной камере следует использовать платиновый термометр сопротивления. Термометр должен быть с диапазоном, как минимум от 0 °С до 100 °С, с разрешением 0,1 °С и погрешностью ±0,1 °С.

6.1.5 Аппарат для определения давления насыщенных паров должен иметь устройство для промывки измерительной камеры последующим вводимым образцом или растворителем с низким давлением паров.

6.1.6 Аппарат для определения давления насыщенных паров должен обеспечивать встряхивание образца при проведении измерения с минимальной частотой 1,5 цикла в секунду.

6.2 Вакуумный насос для калибровки, обеспечивающий снижение абсолютного давления в измерительной камере до значения менее 0,01 кПа.

6.3 Вакуумметр Мак-Леода или калиброванный электронный вакуумметр для калибровки с диапазоном от 0,01 до 0,67 кПа. Калибровку электронного вакуумметра следует регулярно проверять по ASTM D2892 (приложение А).

6.4 Манометр для калибровки, обеспечивающий измерение местного атмосферного давления с точностью и разрешением 0,1 кПа или выше на той же высоте над уровнем моря, что и аппаратура в лаборатории.

Примечание 4 — В настоящем стандарте отсутствует подробное описание аппаратуры, которую используют для проведения испытания. Подробное описание установки, эксплуатации и обслуживания аппаратуры изложено в инструкции изготовителя.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов

Следует использовать реактивы квалификации ч. д. а. (см. раздел 11). Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комиссии по аналитическим реактивам Американского химического общества или аналогичных национальных стандартов[2)]. Можно использовать реактивы другой квалификации, если чистота реактива не снижает точность определения.

[2)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, см.: Annular Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также: The United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD (Фармакопея США и Национальный фармакологический справочник).

7.1.1 Реактивы по 7.2.1—7.2.3 можно использовать для проверки рабочих характеристик аппаратуры (см. раздел 11) на основе насыщенных воздухом эталонных топлив, которые анализировали в межлабораторных исследованиях (ILS) 2003 г. по ASTM D5191[3)] (см. таблицу 1). P_{tot}, используемое в ASTM D5191, эквивалентно $VPCR_4$, используемому в настоящем методе испытаний. Такие эталонные топлива не следует использовать для калибровки аппарата.

В таблице 1 приведены принятые опорные значения ARV и пределы неопределенности, а также допустимый диапазон измерения для каждого из указанных эталонных топлив.

Таблица 1 — Принятые опорные значения ARV и допустимый диапазон измерения для насыщенных воздухом эталонных топлив[A)]

Эталонная жидкость	ARV (P_{tot}) ± неопределенность, кПа	Рекомендуемое изготовителем прибора допустимое отклонение, кПа	Допустимый диапазон измерения для эталонного топлива P_{tot}, кПа
Пентан	112,8 ± 0,2	±1,0	112,8 ± 1,2 (от 111,6 до 114,0)
2,2-Диметилбутан	74,1 ± 0,2	±1,0	74,1 ± 1,2 (от 72,9 до 75,3)
2,3-Диметилбутан	57,1 ± 0,2	±1,0	57,1 ± 1,2 (от 55,9 до 58,3)

[A)] Данные можно получить при запросе исследовательского отчета RR:D02-1619 в ASTM International.

7.1.2 Реактивы по 7.3.1 и 7.3.2 можно использовать в качестве промывочных растворителей для очистки измерительной камеры, клапанов, впускной и выпускной трубок.

7.2 Проверочные жидкости

7.2.1 2,2-Диметилбутан (**Предупреждение** — Легко воспламеняется, опасен для здоровья).
7.2.2 2,3-Диметилбутан (**Предупреждение** — Легко воспламеняется, опасен для здоровья).
7.2.3 Пентан (**Предупреждение** — Легко воспламеняется, опасен для здоровья).

7.3 Растворители

7.3.1 Толуол (**Предупреждение** — Легко воспламеняется, опасен для здоровья)
7.3.2 Ацетон (**Предупреждение** — Легко воспламеняется, опасен для здоровья).

8 Отбор и ввод пробы

8.1 Общие требования

8.1.1 Высокая чувствительность результатов определения давления насыщенных паров нефти к потерям из-за испарения и, как следствие, изменения состава требует специальных мер предосторожности при отборе и обращении с пробами. Нестабилизированную нефть отбирают по ASTM D3700 или ASTM D8009. Стабилизированную нефть отбирают по ASTM D4057. Если невозможно отбирать пробы по ASTM D3700 или ASTM D8009, используют процедуру по ASTM D4057.

Примечание 5 — Допускается отбирать пробы по ASTM D4177 вместо ASTM D4057.

8.1.2 Если общий объем испытуемой пробы для определения давления насыщенных паров, включая процедуру промывки, не превышает 20 см^3, для отбора пробы по ASTM D3700 используют цилиндр с плавающим поршнем вместимостью не менее 200 см^3. Можно использовать цилиндры с плавающим поршнем большей вместимости. Для обеспечения перемещения поршня при температуре измерительной камеры в момент ввода пробы минимальное давление противодействия поршня должно быть выше давления паров пробы на 100 кПа. Максимальное давление противодействия не должно превышать предел измерения датчика прибора. Для создания давления противодействия ис-

[3)] Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1619. Служба поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru

пользуют сжатый воздух или любой негорючий сжатый газ. Цилиндр с плавающим поршнем должен иметь устройство для механического перемешивания (встряхивания) пробы и второй клапан впуска для промывки.

8.1.3 Отбирают и хранят пробы при температуре не выше 30 °С. При длительном хранении пробы используют соответствующее помещение или холодильник.

8.1.4 Давление насыщенных паров определяют на первом отобранном из цилиндра образце для испытания после процедуры промывки (см. 9.3). Не допускается использовать пробу, оставшуюся в цилиндре с плавающим поршнем, после выполнения трех повторных определений давления насыщенных паров.

8.1.5 Для контроля стабильности результатов испытаний с использованием чистых соединений (см. 11.1) допускается использовать контейнеры для проб меньшей вместимости без приложенного давления.

8.2 Процедуры отбора проб

8.2.1 Для отбора пробы из источника под давлением, например из трубопровода, используют цилиндр с плавающим поршнем и отбирают пробы непосредственно из источника под давлением.

Открывают промывочный клапан и промывают цилиндр до появления нефти во втором впускном клапане. Закрывают промывочный клапан и обеспечивают медленное перемещение поршня, пока не менее 200 $см^3$ пробы будет введено в цилиндр. Закрывают впускной клапан и немедленно прикладывают давление противодействия. Проверяют, чтобы в цилиндре было не менее 200 $см^3$ пробы.

Примечание 6 — Прецизионность метода установлена по результатам межлабораторных исследований 2005 г. при испытании образцов в цилиндрах с плавающим поршнем вместимостью 250 $см^3$ (см. 14.3).

8.2.2 Если пробу отбирают из источника, не находящегося под давлением, например из резервуара для хранения, танкера, бочки или из другого контейнера, ее отбирают по ASTM D4057.

Используют контейнер вместимостью 250 $см^3$ или 1 $дм^3$, заполненный пробой на 70 % — 80 %. Для улучшения прецизионности (воспроизводимости) испытания рекомендуется использовать контейнер вместимостью 1 $дм^3$.

Примечание 7 — Прецизионность установлена по результатам испытаний образцов в темных стеклянных контейнерах вместимостью 1 $дм^3$ (см. 14.3) по результатам межлабораторных исследований 2005 г. Допускается использовать контейнеры другой вместимости по ASTM D4057 с аналогичными требованиями по заполняемому объему контейнера, если установлено, что это не повлияет на прецизионность.

8.3 Перенос образца

8.3.1 Переносят образец из цилиндра в измерительную камеру при температуре окружающей среды, но не менее чем на 5 °С выше температуры застывания образца, определенной по ASTM D5853.

8.3.2 Если проба находится в цилиндре с плавающим поршнем под давлением, то прилагают давление противодействия, которое должно быть выше давления паров пробы при температуре ввода пробы на не менее, чем 100 кПа для перемещения поршня. Приложенное давление противодействия не должно превышать предел измерения датчика давления, используемого в аппарате для определения давления насыщенных паров.

8.3.3 Если проба содержится в контейнере, не находящемся под давлением, образец переносят в измерительную камеру с использованием пробоотборной трубки или шприца. (**Предупреждение** — Если проба вспыхивает или выделяется газ во впускной линии до или после любого входного фильтра или регулятора, уменьшается объем жидкости в камере и измеренное давление пара ложно низкое; полученный при этом результат не соответствует условиям настоящего стандарта).

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Подготовка аппаратуры — в соответствии с инструкциями изготовителя.

9.2 При необходимости промывают измерительную камеру растворителем. Для этого можно использовать толуол, который имеет низкое давление паров. Для промывки наполняют камеру растворителем, используя поршень, затем удаляют растворитель в контейнер для отходов.

9.3 Для предотвращения загрязнения испытуемого образца остатками предыдущего образца или растворителя промывают измерительную камеру испытуемым образцом не менее трех раз. Для

каждой промывки заполняют измерительную камеру образцом не менее чем на половину общей вместимости камеры. Процедуру промывки всегда следует выполнять перед процедурой измерения (см. раздел 12).

10 Калибровка

10.1 Датчик давления

10.1.1 Выполняют проверку калибровки датчика давления, как указано при проведении проверок контроля качества (см. раздел 11). Калибровку датчика давления проверяют с использованием двух контрольных точек: нулевого давления (менее 0,1 кПа) и барометрического давления окружающей среды.

Примечание 8 — Периодичность калибровки датчика давления зависит от типа прибора и регулярности его использования. Проверку калибровки датчика давления следует выполнять не менее одного раза в 6 мес.

10.1.2 Подсоединяют вакуумметр Мак-Леода или калиброванный электронный вакуумметр к источнику вакуума на линии с измерительной камерой (см. примечание 7). Создают в измерительной камере вакуум (см. примечание 9). Когда вакуумметр регистрирует давление менее 0,1 кПа, устанавливают датчик давления на ноль или на фактическое значение на вакуумметре в соответствии с конструкцией прибора или инструкцией изготовителя прибора.

Примечание 9 — Дополнительная информация по калибровке электронных вакуумметров и техническому обслуживанию вакуумметров Мак-Леода приведена в ASTM D2892 (приложение А, пункт А.6.3).

10.1.3 Открывают измерительную камеру аппарата для того, чтобы камера находилась при атмосферном давлении, и проверяют соответствующее показание датчика давления. Проверяют, что аппарат установлен для показания значения полного давления, а не рассчитанного или скорректированного значения давления. Сравнивают это значение давления со значением давления на манометре (см. 6.4), которое принимают в качестве опорного. Манометр должен измерять местное атмосферное давление на той же высоте над уровнем моря, что и аппаратура в лаборатории во время калибровки. Если прибор используют на полном диапазоне давления, то необходимо выполнить калибровку, используя собственный вес прибора. (**Предупреждение** — Многие барометры-анероиды, например, барометры, используемые на метеостанциях и в аэропортах, предварительно скорректированы для получения показаний давления на уровне моря. Такие барометры не следует использовать для калибровки аппарата.)

10.1.4 Повторяют процедуры по 10.1.2 и 10.1.3 до получения показания нулевого и барометрического давлений без дополнительных регулировок.

10.2 Датчик температуры

Проверяют калибровку платинового термометра сопротивления, используемого для контроля температуры измерительной камеры, не реже одного раза в 6 мес по термометру, аттестованным Национальным институтом стандартов и технологии (NIST) или другим уполномоченным органом.

11 Проверки контроля качества

11.1 Для ежедневной проверки калибровки прибора используют проверочную жидкость (см. 7.2) с известным значением летучести. Для чистых химических соединений можно многократно отбирать пробы из одного контейнера в течение длительного времени. Насыщают проверочную жидкость воздухом при температуре от 0 °С до 1 °С по ASTM D5191, пункт 8.4. Переносят проверочную жидкость в измерительную камеру с помощью пробоотборной трубки или шприца. При вводе пробы температура проверочной жидкости должна быть от 0 °С до 3 °С, измерение следует проводить в соответствии с разделом 12 при соотношении V/L 4:1 и температуре 37,8 °С.

11.2 В таблице 1 приведены принятые опорные значения ARV (P_{tot}) и пределы неопределенности (с доверительным интервалом не менее 95 %) эталонных жидкостей, применяемых в межлабораторных исследованиях 2003 г. по ASTM D5191. Как указано в 7.1.1, эталонное значение P_{tot}, используемое в методе испытания по ASTM D5191 (см. таблицу 1), эквивалентно $VPCR_4$ (37,8 °С) в настоящем методе испытаний. Эти данные вместе с рекомендуемым изготовителями прибора значением были использованы для определения допустимого диапазона измерения эталонных топлив для проверки рабочих характеристик прибора.

11.3 Значения, полученные в пределах интервалов допустимого диапазона измерений по таблице 1, указывают на то, что прибор обеспечивает работу в соответствии с требованиями настоящего стандарта. Если получены значения вне интервалов допустимого диапазона измерения, проверяют качество чистого химического соединения (чистых химических соединений) и повторно проверяют калибровку прибора (см. раздел 10). [**Предупреждение** — Использование однокомпонентных проверочных жидкостей, например таких, как указаны в таблице 1, может подтвердить только правильность калибровки оборудования. Это не является проверкой точности метода испытания, включая обращение с пробой, поскольку потери из-за испарения не снижают давление паров пробы, как это происходит с потерями легких фракций в многокомпонентных смесях. Процедуру измерения давления насыщенных паров (включая работу оператора) можно периодически проверять путем выполнения настоящего метода на ранее подготовленных пробах одной партии продукта в соответствии с 8.1.2. Пробы следует хранить в условиях, обеспечивающих длительное хранение без ухудшения свойств. Анализ результатов испытаний таких проб для контроля качества можно выполнить с использованием контрольных карт[4)]].

Примечание 10 — Рекомендуется, чтобы минимум одна проверочная жидкость, используемая по 11.1, имела значение давления паров, соответствующее значению давления насыщенных паров пробы нефти, регулярно испытываемой на данном оборудовании.

12 Проведение испытания

12.1 Устанавливают температуру ввода образца в измерительную камеру.

12.1.1 Для проб, находящихся в цилиндре с плавающим поршнем под давлением, устанавливают температуру ввода образца в измерительную камеру между 20 °С и температурой измерения.

12.1.2 Для проб, содержащихся в контейнере, не находящемся под давлением, устанавливают температуру ввода образца в измерительную камеру 20 °С.

12.1.3 Для проб с температурой застывания выше 15 °С устанавливают температуру ввода образца в измерительную камеру минимально на 5 °С выше температуры застывания образца, но не выше температуры измерения.

12.1.4 Для измерений с отношением V/L < 1 проба не должна подвергаться воздействию атмосферы и должна содержаться в цилиндре с плавающим поршнем. Температура ввода образца в измерительную камеру должна быть равна температуре измерения, чтобы избежать какого-либо влияния из-за расширения образца.

12.2 Устанавливают соотношение V/L на требуемое значение X:1 (для результатов испытания, соответствующих ASTM D323, устанавливают соотношение V/L — 4:1).

12.3 Для получения однородного образца пробу, находящуюся в цилиндре с плавающим поршнем под давлением, тщательно перемешивают механической мешалкой или встряхивают контейнер с пробой, не находящейся под давлением. Для ручных поршневых цилиндров проверяют наличие жидкости нажатием на шток поршня. Если шток неустойчивый, это означает, что в камере для пробы находится пар. Добавляют дополнительное давление со стороны предварительно приложенного давления, покачивая цилиндр (используя пузырек пара для эффективного перемешивания), пока шток не станет устойчивым, а проба однородной.

12.4 Вводят образец в измерительную камеру в соответствии с инструкцией изготовителя. Объем образца должен быть таким, чтобы после расширения до конечного объема было достигнуто запрограммированное соотношение V/L.

12.5 Закрывают впускной клапан и доводят объем измерительной камеры до конечного.

12.6 Включают встряхивающее устройство, которое должно работать в течение всей процедуры измерения.

12.7 Настраивают регулятор на значение температуры измерения (для результатов испытания, соответствующих ASTM D323, устанавливают температуру 37,8 °С) и нагревают ячейку для образца. Температура измерения должна не менее чем на 10 °С превышать температуру застывания пробы.

[4)] MNL 7, Manual on presentation of data control chart analysis, «Section 3: Control charts for Individuals», 6th edition, ASTM International, W. Conshohocken, PA (Руководство по представлению данных анализа контрольных карт. Часть 3. Контрольные карты для отдельных наблюдений).

12.8 После установления температурного равновесия между измерительной камерой и испытуемым образцом контролируют общее давление паров каждые (30 ± 5) с. Регистрируют полученное давление насыщенных паров как $VPCR_X$ (*Tm* °C), если три последовательных показания будут отличаться не более чем на 0,3 кПа.

13 Протокол испытаний

13.1 Регистрируют результаты, округленные до 0,1 кПа, с указанием температуры испытания и соотношения V/L

$$VPCR_X(Tm\ °C) = \#\#,\#\ кПа, \quad (1)$$

где X — соотношение объемов паровой и жидкой фаз;

Tm — температура измерения.

14 Прецизионность и смещение

14.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода установлена статистической обработкой результатов межлабораторных исследований.

14.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, вычисленные по формулам (2)—(4), только в одном случае из двадцати.

14.1.1.1 Для проб в цилиндрах с плавающим поршнем под давлением:

V/L = 4 и *Tm* = 37,8 °C: повторяемость (сходимость) = 2,48 кПа (37,8 °C); (2)

V/L = 0,02 и *Tm* = 37,8 °C: повторяемость (сходимость) = 5,61 кПа (37,8 °C). (3)

14.1.1.2 Для проб в контейнерах, не находящихся под давлением:

V/L = 4 и *Tm* = 37,8 °C: повторяемость (сходимость) = 2,29 кПа (37,8 °C). (4)

14.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, вычисленные по формулам (5)—(7), только в одном случае из двадцати.

14.1.2.1 Для проб в цилиндрах с плавающим поршнем под давлением:

V/L = 4 и *Tm* = 37,8 °C: воспроизводимость = 4,26 кПа (37,8 °C); (5)

V/L = 0,02 и *Tm* = 37,8 °C: воспроизводимость = 20,3 кПа (37,8 °C). (6)

14.1.2.2 Для проб в контейнерах, не находящихся под давлением:

V/L = 4 и *Tm* = 37,8 °C: воспроизводимость = 5,26 кПа (37,8 °C). (7)

14.2 Смещение

Смещение не установлено, т. к. отсутствует принятый стандартный образец.

14.3 Относительное смещение по сравнению с методом по ASTM D323

Было получено статистически значимое относительное смещение для нефти по результатам выполнения программы межлабораторных исследований между результатами $VPCR_4$ (37,8 °С), полученными по настоящему методу, и результатами определения давления насыщенных паров по ASTM D323 (см. приложение Х1).

14.4 Прецизионность установлена по результатам программы межлабораторных исследований 2005 г. с участием семи лабораторий и использованием шести образцов нефти с диапазоном давления паров от 34 до 117 кПа[5)]. Температура введения образца для данной программы испытаний устанавливалась между 20 °С и 37,8 °С.

[5)] Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1643. Стандартные практики ручного отбора проб из поршневого цилиндра D7975 и D8009 были разработаны после выполнения программы определения точности метода.

Приложение Х1
(справочное)

Относительное смещение по сравнению с методом по ASTM D323

Х1.1 Предполагаемое соответствие между значением $VPCR_4$ (37,8 °С), полученным по настоящему стандарту для образцов в цилиндрах с плавающим поршнем под давлением и в контейнерах, не находящихся под давлением, вместимостью 1 $дм^3$, и значением давления насыщенных паров по Рейду RVP, полученным по ASTM D323 с использованием контейнеров, не находящихся под давлением, вместимостью 1 $дм^3$, оценивали по ASTM D6708. Были определены значения смещения для данных образцов. Воспроизводимость метода испытания по ASTM D323 для набора образцов нефти, использованных в программе межлабораторных исследований 2005 г., составляла R = 9 кПа[6]. Из-за небольшого количества образцов нефти в программе межлабораторных исследований прямое сравнение результатов настоящего метода испытаний с результатами испытаний по ASTM D323 является примерным.

Х1.2 Как указано в 14.3, в ограниченной программе межлабораторных исследований 2005 г. наблюдалось статистически значимое относительное смещение для нефти между результатами $VPCR_4$ (37,8 °С), полученными по настоящему методу, и результатами определения давления насыщенных паров по ASTM D323. Для шести образцов нефти, испытанных в ограниченной программе межлабораторных исследований, результаты определения RVP по ASTM D323 могут быть предварительно вычислены по формуле (Х1.1) на основе результатов определения $VPCR_4$ (37,8 °С), полученных по настоящему методу испытаний. Тем не менее корреляция в уравнении (Х1.1) не применима для всех нефтей, поэтому для всех нефтей рекомендуется указывать $VPCR_4$ (37,8 °С). Если уравнение (Х1.1) используют для оценки RVPE, то подтверждают его достоверность для образцов нефти испытаниями по двум методам — по ASTM D323 и настоящему методу. В любом случае уравнение (Х1.1) применяют только к образцам стабилизированной сырой нефти (см. 3.2.1 и 3.2.1.1) со значением $VPCR_4$ (37,8 °С) от 34 до 117 кПа (см. 14.4), так как испытание по ASTM D323 образцов нестабилизированной нефти (см. 3.2.2 и 3.2.2.1) в контейнерах, не находящихся под давлением (например, бутылки или банки), приведет к существенной потере летучих компонентов во время процедуры насыщения воздухом перед испытанием.

$$RVPE = A \cdot VPCR_4\ (37{,}8\ °C), \qquad (X1.1)$$

где A = 0,834 — для образцов в цилиндрах с плавающим поршнем под давлением;

A = 0,915 — для образцов в контейнерах вместимостью 1 $дм^3$, не находящихся под давлением.

[6] Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1643. Стандартные практики ручного отбора проб из поршневого цилиндра D7975 и D8009 были разработаны после выполнения программы определения точности метода.

Приложение Х2
(справочное)

Давление паров нефти в зависимости от температуры

Х2.1 В некоторых случаях, например при транспортировании и хранении, может потребоваться определение давления паров нефти в зависимости от температуры. Такие данные получают следующим образом.

Х2.1.1 Выполняют процедуры по 12.1—12.8. Программируют минимальную необходимую начальную температуру измерения, но не ниже температуры, установленной в 12.7.

Х2.1.2 Ступенчато повышают температуру измерения до максимальной возможной, но не выше 100 °С. На каждом этапе выполняют измерение по 12.7 и 12.8.

Х2.1.3 Записывают результаты в виде последовательности значений или в виде графика зависимости lg(VPCRx) от 1/T, где T — абсолютная температура измерения в градусах Кельвина (°С + 273,2).

Примечание Х2.1 — Для температур, отличающихся от 37,8 °С, показатели прецизионности не установлены.

Приложение Х3
(справочное)

Давление паров нефти в зависимости от соотношения объема паровой и жидкой фаз (V/L)

Х3.1 В некоторых случаях, например при проверке неизвестного образца на наличие легких углеводородных компонентов (метан, этан, пропан, бутан) и неконденсирующихся газов (воздух, O_2, N_2 и т. д.) может потребоваться оценить характер изменения давления паров нефти в зависимости от соотношения V/L в диапазоне от 0,02 до 4. Форма и наклон полученной кривой качественно указывают на наличие и распределение газов.

Х3.1.1 Образцы, полностью насыщенные воздухом, будут отображать кривую, которая экспоненциально возрастает в направлении барометрического давления примерно до V/L < 1 и асимптотически приближается к почти горизонтальной линии при V/L = 4, когда большая часть воздуха и метана/этана находится в паровой фазе в условиях испытаний.

Х3.1.2 Образцы, которые не содержат или содержат очень низкие концентрации воздуха, CO_2, метана и этана, не будут отображать быстрого экспоненциального увеличения VP ниже V/L = 1.

Х3.1.3 Образцы, перенасыщенные легкими газами, например из-за чрезмерного или неправильного использования «газовой подушки», будут отображать быстрое экспоненциальное увеличение VP примерно от 1,5 V/L до 2 V/L и будут асимптотически приближаться к давлению используемой «газовой подушки». Например, если резервуар уравновешен давлением 200 кПа, то измеренный VP приблизится к 200 кПа, когда V/L приблизится к 0,02.

Х3.1.4 Дополнительную информацию о форме кривой VP в зависимости от V/L можно найти в отчете «Наилучшие практики определения давления насыщенных паров»[7)] и в отчете Национальной лаборатории Сандии, размещенном на сервере публичных технических отчетов Департамента энергетики (DOE)[8)].

Х3.2 Выполняют процедуры по 12.1—12.8. Программируют минимальное необходимое начальное значение V/L.

Х3.3 Повышают ступенчато значение V/L до максимально необходимого, но не выше V/L = 4. Следуют рекомендациям производителя по объему образца, который будет использован для различных уровней V/L. На каждом этапе выполняют измерения по 12.7 и 12.8.

Х3.3.1 Некоторые приборы, используемые в ASTM D6377, могут быть запрограммированы на выполнение нескольких определений VP за одно введение образца. Прецизионность при использовании этого метода может быть хуже, чем при многократном определении VP за несколько введений образца.

Х3.3.2 Некоторые поставщики приборов, используемых в ASTM D6377, рекомендуют получать кривую VP с двумя запрограммированными диапазонами (высокий/низкий) V/L, чтобы минимизировать ухудшение прецизионности за счет использования большего вводимого объема при измерении VP для очень низкого V/L.

Х3.4 Записывают результаты в виде последовательности значений или в виде зависимости $VPCR_X$, (Tm) от T, где T — измеряемая температура, °С, а X = V/L.

Примечание Х3.1 — Отсутствуют данные прецизионности для разных V/L, отличные от приведенных в 13.1.

7) Доступно по адресу gost.e-ecolog.ru

8) Доступно по адресу gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D323	IDT	ГОСТ 31874—2012 «Нефть сырая и нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров методом Рейда»
ASTM D2892	—	*
ASTM D3700	—	*
ASTM D4057	—	*
ASTM D4177	—	*
ASTM D5191	IDT	ГОСТ 33157—2014 «Нефтепродукты. Метод определения давления паров (мини-метод)»
ASTM D5853	—	*
ASTM D6708	—	*
ASTM D7975	—	*
ASTM D8009	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 665.61:536.423.15:006.354 МКС 75.040 IDT

Ключевые слова: нефть, определение давления паров, метод расширения

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 17.10.2022. Подписано в печать 20.10.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 33361—2022 Нефть. Определение давления паров методом расширения

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 9 2023 г.)

Поправка к ГОСТ 33361—2022 Нефть. Определение давления паров методом расширения

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 5 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru