ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57037— 2016

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение плотности, относительной плотности и плотности в градусах API цифровым плотномером

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт сырья, материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 сентября 2016 г. № 1038-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 4052—15 «Стандартный метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API жидкостей цифровым плотномером» (ASTM D 4052—15 «Standard test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 3
5 Назначение и применение 3
6 Аппаратура 3
7 Реактивы и материалы 3
8 Отбор проб и испытуемые образцы 4
9 Подготовка аппаратуры 5
10 Калибровка аппаратуры 5
11 Проверка контроля качества 7
12 Проведение измерений 8
13 Вычисления 9
14 Оформление результатов 10
15 Прецизионность и смещение 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным и межгосударственным стандартам 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение плотности, относительной плотности и плотности в градусах API цифровым плотномером

Petroleum products. Determination of density, relative density and API gravity of liquids by digital density meter

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API нефтяных дистиллятов и вязких масел в жидком состоянии при температуре испытания с использованием ручного или автоматического ввода образца. Метод можно использовать для жидкостей с давлением насыщенных паров при температуре испытания не более 100 кПа (см. АСТМ Д 5191) и вязкостью не более приблизительно 15000 мм^2/с (см. АСТМ Д 445 или АСТМ Д 7042). Метод можно применять при давлении насыщенных паров более 100 кПа, если предварительно установлено, что в U-образной осциллирующей трубке не образуются пузырьки, которые могут повлиять на определение плотности. Настоящий метод можно использовать для определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API бензинов, бензинов, содержащих оксигенаты, дизельных топлив, топлив для реактивных двигателей, базовых масел, парафиновых углеводородов и смазочных масел.

1.1.1 При межлабораторных исследованиях (ILS) в 1999 г., которые были использованы для установления прецизионности метода, парафиновые углеводороды и вязкие нефтепродукты не включали в набор образцов, поскольку все испытуемые образцы были проанализированы при температуре 15 °С. Для парафиновых углеводородов и образцов вязких нефтепродуктов для обеспечения ввода анализируемого образца в жидком состоянии требуется ячейка, работающая при повышенной температуре. При анализе парафиновых углеводородов и вязких нефтепродуктов следует обратиться к инструкции изготовителя прибора для руководства и мерам предосторожности. Информация о результатах межлабораторных исследований, проведенных в 1999 г., приведена в разделе 15 и примечании 8.

1.2 При разногласиях в оценке качества продукции является метод с ручным вводом образца по 6.3 или 6.4 в зависимости от типа образца.

1.3 Настоящий метод не следует применять при испытаниях образцов темного цвета, для которых невозможно достоверно установить отсутствие пузырьков воздуха в измерительной ячейке. Для определения плотности проб нефти используют АСТМ Д 5002.

1.4 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными, если другие указания отсутствуют. Принятыми единицами измерения плотности являются граммы на кубический сантиметр (г/см^3) или килограммы на кубический метр (кг/м^3).

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Конкретная информация по технике безопасности приведена в 7.4, 7.5 и 10.3.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

ASTM D 287, Test method for API gravity of crude petroleum and petroleum products (hydrometer method) [АСТМ Д 287, Метод определения плотности в градусах API нефти и нефтепродуктов (ареометрический метод)]

ASTM D 445, Test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity) [АСТМ Д 445, Метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (и вычисление динамической вязкости)]

ASTM D 1193, Specification for reagent water (АСТМ Д 1193, Спецификация на реактив воду)

ASTM D 1250, Guide for use of the petroleum measurement tables (АСТМ Д 1250, Руководство по использованию таблиц измерений нефтепродуктов)

ASTM D 1298, Test method for density, relative density (specific gravity), or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method) [АСТМ Д 1298, Метод определения плотности, относительной плотности (удельного веса), или плотности в градусах API сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометрическим методом]

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

ASTM D 4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (АСТМ Д 4177, Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4377, Test method for water in crude oils by potentiometric Karl Fischer titration (АСТМ Д 4377, Метод определения воды в сырой нефти потенциометрическим титрованием по Карлу Фишеру)

ASTM D 5002, Test method for density and relative density of crude oils by digital density analyzer (АСТМ Д 5002, Метод определения плотности и относительной плотности сырой нефти цифровым плотномером)

ASTM D 5191, Test method for vapor pressure of petroleum products (mini method) [АСТМ Д 5191, Метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (мини метод)]

ASTM D 7042, Test method for dynamic viscosity and density of liquids by Stabinger viscometer (and the calculation of kinematic viscosity) [АСТМ Д 7042, Метод определения динамической вязкости и плотности жидкостей вискозиметром Штабингера (и вычисление кинематической вязкости)]

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **плотность** (density): Масса вещества на единицу объема при установленной температуре.

3.1.2 **относительная плотность** (relative density): Отношение плотности вещества при установленной температуре к плотности воды при установленной температуре.

3.2 Термины, характерные для настоящего стандарта:

3.2.1 **настройка** (adjustment): Процедура приведения рабочих характеристик прибора в состояние, соответствующее его использованию, установка или корректировка постоянных плотномера.

3.2.1.1 **Пояснение —** Для некоторых цифровых плотномеров может требоваться настройка, а не калибровки прибора. При настройке плотномеров для установления линейности измерений в рабочем диапазоне температур используют воздух и свежевскипяченый реактив — воду (**Предупреждение** — Обращение с кипящей водой или водой, близкой к температуре кипения, может представлять опасность. Следует использовать соответствующие средства индивидуальной защиты).

3.2.2 **калибровка** (calibration): Комплекс процедур, устанавливающих соотношение между плотностью стандартного вещества и соответствующим значением показаний прибора.

[1)] Уточнить ссылки на стандарты АСТМ можно на сайте АСТМ www.agost.e-ecolog.ru поддержки клиентов АСТМ gost.e-ecolog.ru информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

4 Сущность метода

4.1 В осциллирующую трубку вводят небольшой объем жидкого образца, примерно от 1 до 2 $см^3$, измеряют частоту колебаний, вызванных изменением массы трубки, и с калибровочными данными используют для определения плотности, относительной плотности или плотности образца в градусах API.

5 Назначение и применение

5.1 Плотность является основным физическим свойством, которое используют вместе с другими свойствами, чтобы характеризовать фракции нефти и нефтепродуктов как легкие или тяжелые.

5.2 Плотность или относительную плотность нефти и нефтепродуктов используют для преобразования измеренного объема в объем при стандартной температуре 15 °С.

6 Аппаратура

6.1 Цифровой плотномер

Цифровой анализатор, состоящий из U-образной осциллирующей трубки для образца, системы электронного возбуждения, вычисления частоты и дисплея. Анализатор должен обеспечивать точное измерение температуры образца во время измерений или поддержание температуры образца по 6.2. Прибор должен обеспечивать прецизионность результатов испытаний.

6.2 Циркуляционная баня с постоянной температурой (при необходимости), обеспечивающая поддержание температуры циркулирующей жидкости в заданном диапазоне с точностью до ± 0,05 °С. Плотномер может включать средства контроля температуры.

6.3 Шприцы, используемые при вводе образца вручную, вместимостью не менее 2 $см^3$ с наконечником или адаптером, соответствующим отверстию осциллирующей трубки.

6.4 Проточный или нагнетательный адаптер (переходник), используемый в качестве альтернативного средства введения пробы в цифровой плотномер с помощью нагнетания или вакуума.

Примечание 1 — Не следует применять вакуум для проб, склонных к потере легколетучих компонентов, поскольку это может привести к образованию пузырьков. Следует изготовить специальный колпачок или пробку для контейнеров с образцами, чтобы воздух, например от ручного насоса, использовался для перемещения испытуемого образца в измерительную ячейку U-образной трубки проточным методом.

6.5 При автоматическом вводе анализируемых образцов следует использовать автоматический дозатор (автосамплер). Конструкция автоматического дозатора должна обеспечивать целостность образца до анализа, при его проведении и подачу представительной порции испытуемого образца в цифровой плотномер.

6.6 Датчик температуры (TSD), обеспечивающий контроль температуры испытания с точностью до ± 0,05 °С. При использовании в качестве TSD стеклянного жидкостного термометра для установления и соблюдения температуры испытания он должен быть откалиброван и градуирован с точностью до 0,1 °С и оснащен держателем для присоединения к прибору. При калибровке термометра температуру плавления льда и держателя вычисляют с точностью до 0,05 °С. Для нертутных термометров устройство TSD следует калибровать ежегодно по сертифицированному и прослеживаемому эталону.

6.7 Ультразвуковая ванна без подогрева, размеры которой позволяют поддерживать контейнер(ы) в ванне для обеспечения эффективного рассеивания и удаления воздуха или пузырьков вовлеченного газа.

7 Реактивы и материалы

7.1 Используют реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификации Комитета аналитических реактивов Американского химического общества[2)]. Можно использовать реактивы другой квалификации при условии, что степень чистоты реактива не снижает точность определения.

[2)] Reagent Chemicals, American chemical society specifications, American chemical society, Washington, D.C. (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).

7.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют воду типа II по АСТМ Д 1193.

7.3 Реактив вода, свежевскипяченая для удаления растворенных газов и используемая в качестве эталонного калибровочного стандарта (**Предупреждение —** Обращение с кипящей водой или водой, близкой к температуре кипения, может представлять опасность. Следует использовать соответствующие средства индивидуальной защиты).

7.4 Очищающий растворитель, например специальный бензин-растворитель[3)] (**Предупреждение —** Специальный бензин-растворитель легко воспламеняется) или другие материалы, обеспечивающие промывание и полное удаление образца из измерительной трубки.

7.5 Ацетон для промывания и сушки испытательной трубки (**Предупреждение —** Чрезвычайно легко воспламеняется).

7.6 Сухой воздух для сушки осциллирующей трубки.

8 Отбор проб и испытуемые образцы

8.1 Отбор проб определяет все процедуры получения образцов из трубопровода, резервуара или другой системы и размещения образца в контейнер для лабораторных испытаний. Контейнер для лабораторных проб и объем образца должны обеспечивать перемешивание образца и получение однородной пробы для анализа.

8.2 Лабораторная проба

Используют только представительные пробы, полученные по АСТМ Д 4057 или АСТМ Д 4177.

8.3 Испытуемый образец

Порция или объем образца, полученного из лабораторной пробы, помещенные в измерительную трубку плотномера. Испытуемый образец получают следующим образом.

8.3.1 Перемешивают пробу, если требуется гомогенизация, стараясь избежать вовлечения пузырьков воздуха в соответствии с требованиями АСТМ Д 4177 или АСТМ Д 4377. Перемешивание некоторых типов образцов (например, образцов бензина) при температуре окружающей среды в открытом контейнере может привести к потере летучих веществ. Образцы, для которых потеря летучих веществ является потенциальной проблемой, следует перемешивать в закрытых герметичных контейнерах или при температуре не менее чем на 10 °С ниже температуры окружающей среды. Для некоторых типов образцов, таких как вязкие смазочные масла, склонных к вовлечению воздуха или пузырьков газа, было установлено, что использование ультразвуковой ванны (см. 6.7) без нагревания эффективно рассеивает пузырьки газа в течение 10 мин.

Примечание 2 — При перемешивании образцов с летучими компонентами учитывают свойства образцов в зависимости от температуры окружающей среды и давления.

8.3.2 Для введения испытуемого образца вручную из надлежащим образом перемешанной лабораторной пробы можно использовать шприц. При использовании плотномера с дополнительным оборудованием и соединительными трубками, как приведено в 6.4, испытуемый образец можно вводить непосредственно в измерительную трубку анализатора из контейнера с перемешанным образцом. При автоматическом вводе пробы следует сначала перенести часть образца с помощью соответствующих средств из перемешанной лабораторной пробы во флаконы автосамплера, обеспечивая целостность образца до и во время проведения анализа. Флаконы для автосамплера заполняют не более чем на (80 ± 5) % по объему и сразу герметично закрывают; они должны быть закрыты до автоматического перемещения испытуемого образца в измерительную ячейку. Легколетучие образцы перед измерением охлаждают. Следуют инструкциям изготовителя.

Примечание 3 — При переполнении флаконов возможно перекрестное загрязнение образцов во флаконах.

[3)] Можно использовать имеющиеся в продаже растворители: петролейный эфир, лигроин или бензин-растворитель для определения осадка в смазочных маслах.

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Готовят плотномер (в том числе баню и, при необходимости, дополнительное оборудование) в соответствии с инструкциями изготовителя. Регулируют температуру бани или контролируют в ней температуру для обеспечения и поддержания необходимой температуры испытания в ячейке с анализируемым образцом. Калибруют прибор при той же температуре, при которой должна быть измерена плотность или относительная плотность образца, или выполняют регулировку (см. предупреждение в 3.2.1.1) при подготовке анализируемого образца (**Предупреждение** — Важно точно установить и контролировать температуру в испытательной трубке. Отклонение температуры испытания от установленного значения на 0,1 °С может привести к изменению значения плотности в четвертом десятичном знаке при измерении плотности в граммах на кубический сантиметр).

10 Калибровка аппаратуры

10.1 Калибруют прибор при первоначальной установке и каждый раз при изменении температуры испытания (если прибор не оснащен регулирующим устройством, см. 3.2.1.1) или по результатам контроля качества QC образцов (см. 11.1).

10.2 При калибровке прибора необходимо вычислить значения коэффициентов *A* и *B* по периодам колебаний *T*, определяемым, когда в ячейке для образца находится воздух и свежевскипяченый реактив вода (**Предупреждение** — Обращение с кипящей водой или водой, близкой к температуре кипения, может быть опасным. Следует использовать соответствующие средства индивидуальной защиты). При необходимости для калибровки можно использовать другие вещества, такие как *н*-нонан, *н*-тридекан, циклогексан и *н*-гексадекан (применяют при высоких температурах), при условии, что эталонные материалы имеют сертифицированные значения плотности в соответствии с национальными стандартами.

Примечание 4 — Новые имеющиеся в продаже приборы могут корректировать вязкость, что позволяет свести к минимуму смещение при определении плотности. Более подробные сведения приведены в разделе 15.

10.2.1 Перед определением периода колебаний *T* промывают трубку для образца очищающим растворителем, затем ацетоном и сушат сухим воздухом. Загрязненный или влажный воздух может влиять на калибровку. Воздух, используемый при калибровке, пропускают через очистители и осушители. При калибровке воздухом впускные и выпускные отверстия U-образной трубки должны быть закупорены для предотвращения попадания влажного воздуха.

10.2.2 Позволяют сухому воздуху в U-образной трубке достичь равновесия с температурой испытания и записывают значение периода колебаний *T* для воздуха.

10.2.3 Вводят в измерительную трубку небольшой объем, приблизительно 1—2 см^3, свежевскипяченого реактива воды (**Предупреждение** — Обращение с кипящей водой или водой, близкой к температуре кипения, может быть опасным. Следует использовать соответствующие средства индивидуальной защиты) шприцем или альтернативным способом по 6.4 и 6.5. Испытуемая порция должна быть однородной и не содержать даже мельчайших пузырьков воздуха или газа. После стабилизации отображения на дисплее записывают значение периода колебаний *T* для воды.

10.2.4 Вычисляют плотность воздуха d_a, г/см^3, при температуре испытания по формуле

$$d_a = 0{,}001293(273{,}15/T)(P/101{,}325), \quad (1)$$

где *T* — температура, К;

P — барометрическое давление, кПа.

10.2.5 Определяют плотность воды при температуре испытания по таблице 1.

Таблица 1 — Плотность воды[A)]

Примечание 1 — Несколько метрологических организаций опубликовали таблицы плотности воды, на альтернативные данные о плотности воды ссылаются в публикациях, не относящихся к Американскому обществу по испытанию и материалам и настоящему методу испытаний. Использование значений плотности воды из альтернативного источника не влияет на метод испытаний, поскольку изменение данных, как правило, ограничивается шестым десятичным разрядом.

Температура, °С	Плотность, г/см^3	Температура, °С	Плотность, г/см^3	Температура, °С	Плотность, г/см^3
0,0	0,999844	21,0	0,997996	40,0	0,992216
3,0	0,999967	22,0	0,997773	45,0	0,990213
4,0	0,999975	23,0	0,997541	50,0	0,988035
5,0	0,999967	24,0	0,997299	55,0	0,985693
10,0	0,999703	25,0	0,997048	60,0	0,983196
15,0	0,999103	26,0	0,996786	65,0	0,980551
15,56	0,999016	27,0	0,996516	70,0	0,977765
16,0	0,998946	28,0	0,996236	75,0	0,974843
17,0	0,998778	29,0	0,995947	80,0	0,971790
18,0	0,998599	30,0	0,995650	85,0	0,968611
19,0	0,998408	35,0	0,994033	90,0	0,965310
20,0	0,998207	37,78	0,993046	100,0	0,958421

[A)] Использованы значения плотности, соответствующие международной шкале температур 1990 г. (ITS 90), по Lemmon, E. W., McLinden, M. O., and Friend, D. G., «Thermophysical Properties of Fluid Systems», NIST Chemistry WebBook, NIST Standard Reference Database No. 68, Eds. P.J. Linstrom and W.G. Mallard, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, gost.e-ecolog.ru (получены 24 июля 2013 г.).

10.2.6 Используя полученные значения периода колебаний T и справочные значения для воды и воздуха, вычисляют значения коэффициентов A и B по формулам:

$$A = (T_w^2 - T_a^2)/(d_w - d_a); \quad (2)$$

$$B = T_a^2 - Ad_a, \quad (3)$$

где T_w — наблюдаемый период колебаний ячейки с водой, мкс;

T_a — наблюдаемый период колебаний ячейки с воздухом, мкс;

d_w — плотность воды при температуре испытания, г/см^3;

d_a — плотность воздуха при температуре испытания, г/см^3.

10.2.6.1 Можно использовать значения T и d для другой эталонной жидкости при ее использовании.

10.2.7 Если прибор оснащен устройством вычисления плотности, значения коэффициентов A и B и наблюдаемого значения T пробы вводят в память прибора в соответствии с инструкциями изготовителя. Если такая процедура предусмотрена конструкцией прибора, вводят соответствующие поправки в калибровку или проводят согласование коэффициентов при процедуре его калибровки или настройке.

10.2.8 Проверяют калибровку и при необходимости проводят регулировку, выполняя текущую проверку калибровки по 10.3.

10.2.9 При калибровке прибора для отображения на дисплее относительной плотности, т. е. плотности образца при данной температуре, при выполнении процедур по 10.2.1—10.2.7 при вычислениях по 10.2.6 используют плотность воды при той же температуре, заменяя в формуле (2) d_w на 1,000.

10.3 Для некоторых плотномеров, при необходимости, еженедельно проводят корректировку калибровочных коэффициентов A и B, не повторяя процедуру вычислений. Необходимость изменения калибровки, как правило, связана с наличием отложений в измерительной трубке, которые не удаляются при обычной промывке. Несмотря на возможность компенсации такого воздействия корректировкой коэффициентов A и $Б$, рекомендуется при проведении основной регулировки очищать трубку сильно окисляющей кислотой (**Предупреждение** — Вызывает серьезные ожоги) или очищающими жидкостями с поверхностно-активными веществами.

10.3.1 Промывают и сушат измерительную трубку по 10.2.1 и позволяют стабилизироваться показаниям на дисплее. Если на дисплее отображается неправильное значение плотности воздуха при температуре испытания, повторяют процедуру очистки или регулируют значение коэффициента B, начиная с последнего десятичного знака, до установления на дисплее правильного значения плотности.

10.3.2 Если потребовалась регулировка коэффициента *B* по 10.3.1, продолжают калибровку по 10.2.3 введением в измерительную трубку свежевскипяченого реактива воды (**Предупреждение** — Обращение с кипящей водой или водой, близкой к температуре кипения, может быть опасным. Следует использовать соответствующие средства индивидуальной защиты) и позволяют стабилизироваться показаниям на дисплее. Если прибор калибровали для отображения плотности, настраивают показания до установления правильного значения плотности воды при температуре испытания (см. таблицу 1) изменением значения коэффициента *A*, начиная с последнего десятичного знака. Если прибор был откалиброван для отображения на дисплее относительной плотности, настраивают показания на значение 1,0000.

Примечание 5 — При еженедельной регулировке калибровки прибора можно установить, что более чем одно значение для коэффициентов *A* и *B*, отличающееся в четвертом десятичном знаке, дает правильные значения плотности для воздуха и воды. При этом выбор параметров настройки будет зависеть от того, большее или меньшее значение приближается к правильному значению. Способ настройки, выбранный в соответствии с настоящим методом, может влиять на значение показания четвертого десятичного знака, полученного для пробы.

10.4 Конструкция некоторых моделей плотномера позволяет отображать на дисплее только значение измеренного периода колебаний (значения *T*), и при их калибровке требуется определение постоянной прибора *K*, которую следует использовать для вычисления плотности или относительной плотности по полученным данным.

10.4.1 Промывают и сушат измерительную трубку по 10.2.1, позволяют стабилизироваться показаниям дисплея и записывают значение *T* для воздуха.

10.4.2 Вводят свежевскипяченый реактив воду (**Предупреждение** — Обращение с кипящей водой или водой, близкой к температуре кипения, может быть опасным. Следует использовать соответствующие средства индивидуальной защиты) в измерительную трубку по 10.2.3, позволяют стабилизироваться показаниям на дисплее и записывают значение *T* для воды.

10.4.3 Используя полученные значения *T* и справочные значения плотности для воды и воздуха (10.2.4 и 10.2.5), вычисляют постоянную прибора K_1 — для плотности и K_2 — для относительной плотности по формулам:

$$K_1 = (d_w - d_a)/(T_w^2 - T_a^2); \quad (4)$$

$$K_2 = (1{,}0000 - d_a)/(T_w^2 - T_a^2), \quad (5)$$

где d_w — плотность воды при температуре испытания, г/см^3;

d_a — плотность воздуха при температуре испытания, г/см^3;

T_w — наблюдаемый период колебаний ячейки с водой, мкс;

T_a — наблюдаемый период колебаний ячейки с воздухом, мкс.

11 Проверка контроля качества

11.1 Подтверждают, что прибор находится под статистическим контролем не менее одного раза в неделю при его использовании, анализируя образец контроля качества (QC) который, как правило, является представителем анализируемых образцов. Может быть достаточным проведение анализа одного QC образца. Анализ результатов испытаний QC образца можно проводить с использованием контрольных карт. Если результат анализа QC образца приводит к неконтролируемой ситуации, например превышению пределов допустимых отклонений, требуется калибровка или регулировка прибора. В лаборатории должен быть запас однородного и стабильного при хранении образца QC, достаточный для предполагаемого времени использования. Перед проведением контроля процесса измерения пользователь метода должен определить среднеарифметическое значение и контрольные пределы для QC образца. Для обеспечения качества результатов испытаний прецизионность результатов испытаний QC образца должна соответствовать прецизионности метода.

11.2 Для подтверждения достоверности результатов испытаний следует периодически проводить анализ сертифицированных стандартных образцов плотности (т. е. с прослеживаемой связью с национальными эталонами), которые отличаются от используемых при калибровке прибора.

12 Проведение измерений

12.1 Ввод образца вручную

12.1.1 Вводят небольшое количество образца, примерно 1—2 $см^3$, в чистую сухую испытательную трубку прибора шприцем или другим способом по 6.4.

12.1.2 Образец можно вводить с помощью сифона. Соединяют политетра-фторэтиленовую капиллярную трубку с входным отверстием испытательной трубки. Погружают другой конец капилляра в пробу и, всасывая через другой конец с помощью шприца или вакуумной линии, заполняют испытательную трубку (см. примечание 1).

12.1.3 Следует убедиться, что испытательная трубка заполнена правильно и отсутствуют пузырьки газа. Образец должен быть однородным и не содержать даже самых маленьких пузырьков газа. Проверяют отсутствие пузырьков газа в образце с помощью оптических или физических методов. При обнаружении пузырьков газа удаляют образец, снова заполняют испытательную трубку и проверяют наличие пузырьков газа.

Примечание 6 — Если образец очень темного цвета и установить наличие пузырьков затруднительно, невозможно определить плотность образца в пределах прецизионности метода, установленной в разделе 15.

12.1.4 Рекомендуется для большинства моделей приборов после введения образца использовать освещение для проверки наличия пузырьков в течение минимального времени, потому что тепло может повлиять на температуру измерения. Для некоторых моделей можно оставлять включенным освещение, т. к. это не влияет на результаты измерений. Следуют рекомендациям изготовителя о возможности оставить освещение или необходимости его выключить.

12.1.5 Стабилизация показаний плотности, относительной плотности или плотности в градусах API на дисплее прибора до четырех значащих цифр, для значений T — до пяти значащих цифр указывает на установление температурного равновесия; при необходимости записывают значения плотности, относительной плотности или плотности в градусах API и/или значение T. Для приборов, оснащенных печатающим устройством, результаты можно распечатать.

12.1.6 На основании протоколов испытаний при межлабораторных исследованиях 1999 г.[3] (см. примечание 8) прецизионность метода устанавливали при вводе образца вручную по единичным результатам, полученным как среднеарифметическое значение двух введений образца. Более подробная информация приведена в разделе 15. Если лаборатория выполняет единичные измерения плотности, относительной плотности или плотности в градусах API или их комбинации при вводе образца вручную по 12.1.5, это следует указывать в протоколах испытаний. В большинстве случаев для анализа образца достаточно одного ввода образца вручную.

12.1.6.1 Если лаборатория принимает решение о проведении второго определения при вводе образца вручную, повторяют процедуру по 12.1.1—12.1.5. Результаты двух определений не должны отличаться от среднеарифметического значения результатов двух определений более чем на 0,0002 $г/см^3$ для плотности или 0,0002 — для относительной плотности, в противном случае результат считают ошибочным и повторяют анализ на двух новых испытуемых образцах до получения соответствия указанным критериям приемлемости. Результаты двух определений плотности в градусах API образцов бензинов или реформулированных бензинов не должны отличаться более чем на 0,05 от среднеарифметического значения результатов двух определений; если требование не выполняется, повторяют анализ, используя два новых испытуемых образца до выполнения соответствия указанным критериям приемлемости. Результаты двух определений плотности в градусах API для дистиллятов, базовых масел и смазочных масел по предварительному заключению не должны отличаться более чем на 0,03 (критерий приемлемости). При оформлении протокола следует использовать среднеарифметические значения, удовлетворяющие критериям, установленным в данном разделе.

12.2 Автоматический ввод образца

12.2.1 При автоматическом вводе образца для анализа используют автосамплер (см. 6.5). Следуют инструкциям изготовителя для обеспечения целостности образца до анализа, а также для обеспечения представительности испытуемого образца при его вводе в прибор.

12.2.2 При анализе образцов бензинов или реформулированных бензинов с помощью автосамплера, учитывая результаты межлабораторных исследований, полученные в 1999 г.[4], следует иметь

[4] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе исследовательского отчета RR:D02-1734.

два испытуемых образца, чтобы иметь возможность использовать новый образец при получении погрешности результатов испытаний проб летучих материалов или обнаружении пузырьков при мониторинге рабочих характеристик прибора. Для образцов других типов при использовании автосамплера достаточно одного определения.

12.2.2.1 Если лаборатория принимает решение проводить второе определение с использованием автоматического ввода для дистиллята, базового или смазочного масла (см. примечание 8 и раздел 15), следует использовать критерии приемлемости для плотности (0,0002 г/см^3), относительной плотности (0,0002) и плотности в градусах API (0,03) по 12.1.6.1 как для ввода проб вручную. При оформлении протокола следует использовать среднеарифметические значения, удовлетворяющие критериям, установленным в данном разделе.

12.2.3 При определении плотности или относительной плотности образцов бензинов или реформулированных бензинов с помощью автоматического ввода среднеарифметическое значение результатов для двух образцов, проанализированных по 12.2.2, не должно отличаться более чем на 0,0002 мг/см^3 для плотности или на 0,0002 — для относительной плотности. Результаты двух определений считают недостоверными, если они не соответствуют критериям по 12.2.2, определение повторяют до соответствия вышеуказанным критериям. Если результаты определения первоначально не соответствуют критериям приемлемости, прежде чем приступить к последующим анализам лаборатории следует установить причины и выполнить корректирующие действия.

12.2.4 При определении плотности в градусах API бензинов или реформулированных бензинов с использованием автоматического ввода образца выполняют процедуры по 12.2.3, за исключением того, что результаты двух определений плотности в градусах API не должны отличаться более чем на 0,05 от их среднеарифметического значения.

12.2.5 Регистрируют результаты определения плотности, относительной плотности или плотности в градусах API, например с использованием печатающего устройства, по результатам, удовлетворяющим вышеизложенным требованиям.

13 Вычисления

13.1 Вычисления плотности анализатором

Для единичного определения (или вычисления среднеарифметического значения результатов двух определений в соответствии с разделом 12) записывают или распечатывают значение конечного результата определения плотности (г/см^3, кг/м^3) или значение относительной плотности. Следует отметить, что 1 кг/м^3 = 1000 г/см^3.

13.2 Вычисления плотности анализатором без вычислительного устройства

Используя наблюдаемое значение T для пробы и значение T для воды и соответствующие коэффициенты прибора, определенные по 10.4.3, вычисляют плотность или относительную плотность по формулам (6) и (7). Проводят все вычисления до шестой значащей цифры и округляют конечный результат до четвертой значащей цифры.

Плотность, г/см^3 (кг/м^3), вычисляют по формуле

$$\text{Плотность при температуре } t = d_w + K_1(T_s^2 - T_w^2); \quad (6)$$

относительную плотность вычисляют по формуле

$$\text{Относительная плотность} = 1 + K_2\,(T_s^2 - T_w^2), \quad (7)$$

где t — температура испытания, °С;

d_w — плотность воды при температуре испытания;

K_1 — коэффициент прибора при расчете плотности;

T_s — наблюдаемый период колебаний трубки с пробой;

T_w — наблюдаемый период колебаний трубки с водой;

K_2 — коэффициент прибора при вычислении относительной плотности.

13.3 При необходимости преобразования результатов, полученных с помощью плотномера, в плотность в градусах API, плотность или относительную плотность при другой температуре можно использовать АСТМ Д 1250 только без учета коэффициента расширения стекла.

Примечание 7 — Некоторые цифровые плотномеры оборудованы устройством автоматического вычисления и отображения результатов в градусах API (см. АСТМ Д 287 или АСТМ Д 1298) на основании плотности, относительной плотности или их сочетания, определенных по настоящему стандарту и преобразованных с использованием соответствующей формулы по АСТМ Д 1250 (что позволяет исключить коэффициент расширения стекла) для конкретного типа анализируемой пробы.

14 Оформление результатов

14.1 В протоколе испытаний указывают плотность, температуру испытаний и единицы измерений (например плотность при 20 °С = 0,8765 г/см^3 или 876,5 кг/м^3).

14.2 В протоколе для относительной плотности указывают два значения температуры — значение температуры испытания и значение стандартной температуры без указания единиц (например, относительная плотность, 20/20 °С = 0, хххх).

14.3 Указывают конечный результат плотности или относительной плотности до четвертой значащей цифры.

14.4 Если результаты указывают в градусах API (см. примечание 7), окончательные результаты представляют с точностью до 0,1.

14.5 В некоторых случаях может потребоваться указание способа получения результатов — на основании одного определения или среднеарифметического значения результатов двух определений, а также используемый способ ввода образца — ручной или автоматический в соответствии с конкретными требованиями, например потребителю необходима такая информация для интерпретации результатов прецизионности метода. Допускается приводить эту информацию вместе с результатами испытаний.

15 Прецизионность и смещение

15.1 Прецизионность метода [см. сноску 4] была получена на основании результатов статистической обработки межлабораторных исследований при температуре 15 °С.

15.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним 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 следующие значения только в одном случае из двадцати.

15.1.1.1 Плотность (г/см^3) и относительная плотность — см. таблицу 2.

15.1.1.2 Плотность в градусах API — см. таблицу 3.

Таблица 2 — Повторяемость определения плотности (г/см^3) и относительной плотности

Диапазон	Образец	Условие проведения испытания	Повторяемость
0,71—0,78	Бензины и реформулированные бензины	Одно определение (ручной ввод). Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,00045 0,00031
0,80—0,88	Дистилляты, базовые масла и смазочные масла	Одно определение (ручной и автоматический ввод). Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,00016 0,00011

Таблица 3 — Повторяемость определения плотности в градусах API

Диапазон	Образец	Условие проведения испытания	Повторяемость
51—66	Бензины и реформулированные бензины	Одно определение (ручной ввод) Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,090 0,063
29—45	Дистилляты, базовые масла и смазочные масла	Одно определение (ручной и автоматический ввод). Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,032 0,022

15.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати.

15.1.2.1 Плотность (г/см^3) и относительная плотность — см. таблицу 4.

15.1.2.2 Плотность в градусах API — см. таблицу 5.

Таблица 4 — Воспроизводимость определения плотности (г/мл) и относительной плотности

Диапазон	Образец	Условия испытания	Воспроизводимость
0,71—0,78	Бензины и реформулированные бензины	Одно определение (ручной ввод). Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,00190—0,0344 (D —0,75) 0,00195—0,0315 (D —0,75)
0,80—0,88	Дистилляты, базовые масла и смазочные масла	Одно определение (ручной и автоматический ввод). Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,00052 0,00050
Примечание — D — значение плотности или относительной плотности.			

Таблица 5 — Воспроизводимость определения плотности в градусах API

Диапазон	Образец	Условия испытания	Воспроизводимость
51—66	Бензины и реформулированные бензины	Одно определение (ручной ввод). Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,60+0,040 (G—60) 0,60+0,037 (G—60)
29—45	Дистилляты, базовые масла и смазочные масла	Одно определение (ручной и автоматический ввод). Среднеарифметическое значение двух определений (ручной и автоматический ввод)	0,133 0,128
Примечание — G — полученное значение плотности в градусах API.			

Примечание 8 — В межлабораторных исследованиях, проведенных в 1999 г., участвовали 11 лабораторий. Были проведены испытания 23 образцов: 5 автомобильных бензинов, 1 смеси автомобильного бензина с этанолом, 4 реформулированных бензинов (RFG), 2 смазочных масел, 1 базового масла, 4 топлив Jet-A, 1 топлива JP8 и 5 дизельных топлив. Выполняли 4 измерения для каждого образца с использованием ручного и автоматического вводов образца. Первые два определения представляли первый набор для анализа, вторые два определения — второй набор для анализа. Эти условия были использованы для оценки прецизионности между первым определением для каждого набора анализируемых продуктов (одно определение) по сравнению со среднеарифметическим значением двух определений для каждого набора анализируемых продуктов, а также для определения влияния ручного и автоматического вводов пробы на прецизионность метода. С помощью статистической обработки результатов испытаний была установлена прецизионность метода — повторяемость и воспроизводимость. Следует отметить, что прецизионность, определенная для образцов бензина и реформулированного бензина по результатам межлабораторных исследований в 1999 г., была хуже, чем прецизионность для дистиллятов, базовых и смазочных масел, а также по отношению к ранее опубликованным значениям прецизионности (на основании результатов анализа трех чистых веществ — бензола, толуола и ксилола, дважды проанализированных в 3 лабораториях). Более низкая, чем ожидалось прецизионность для образцов бензина и реформулированного бензина обусловлена их летучестью, несмотря на то, что участникам межлабораторных исследования были предоставлены инструкции о правильном обращении с этими веществами для сведения к минимуму или предотвращения потерь образца. Подкомитет ASTM, ответственный за метод испытаний, при последующих межлабораторных исследованиях планирует провести дополнительную проверку образцов товарного бензина и реформулированного бензина для улучшения их прецизионности.

Примечание 9 — В межлабораторных исследованиях были проанализированных образцы 4 бензинов — MG9808, MG9812, RFG—RFG9807 и RFG9809 (см. примечание 8). Надежные среднеарифметические значения для указанных образцов были получены при давлении паров по ASTM Д 5191 — от 7,77 фунтов на квадратный дюйм — минимальное значение (MG9808), до 13,40 фунтов на квадратный дюйм — максимальное значение (RFG9809). Это приблизительно соответствует диапазону давления паров от 54 до 92 кПа.

15.2 Смещение

Результаты исследований, приведенные в литературном источнике[5)], подтвердили наличие смещения между известными значениями плотности эталонных материалов и значениями, полученными по настоящему стандарту. Матрица для исследования смещения включала образцы с плотностью в диапазоне от 747 до 927 кг/м^3 при 20 °С и вязкостью от 1 до 5000 мПа (также при 20 °С); 15 участников исследований проанализировали четыре эталонных масла с сертифицированными значениями плотности, определенными с помощью пикнометра Нидерландским институтом метрологии (NMI). Это исследование приведено в исследовательском отчете ASTM RR: D02-1387[6)]. Пользователям метода следует учитывать, что результаты, полученные с помощью этого метода испытаний, могут иметь смещение на 0,6 кг/м^3 (0,0006 г/см^3).

Примечание 10 — Новые приборы предусматривают корректировку плотности в зависимости от вязкости. Техническим комитетом АСТМ еще не проведены новые межлабораторные исследования для уменьшения смещения, приведенного в отчете АСТМ[6)].

[5)] Fitzgerald, H. and D., Определение плотности лабораторным плотнометром, Petroleum Review, November 1992, pp. 544—549.

[6)] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters путем запроса исследовательского отчета RR:D02-187.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта АСТМ	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального (межгосударственного) стандарта
ASTM D 287	—	*
ASTM D 445	—	*
ASTM D 1193	—	*
ASTM D 1250	NEQ	ГОСТ Р 54273—2010 «Нефть и нефтепродукты. Руководство по таблицам измерений параметров нефти»
ASTM D 1298	—	*
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4177	—	*
ASTM D 4377	—	*
ASTM D 5002	—	*
ASTM D 5191	—	*
ASTM D 7042	—	*

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

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

- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 668.71:531.756:006.354 ОКС 75.080

Ключевые слова: нефтепродукты, определение плотности, относительной плотности, плотности в градусах API, цифровой плотномер

Редактор *А.А. Бражников*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 08.09.2016. Подписано в печать 16.09.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,06. Тираж 35 экз. Зак. 2219.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru