МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33361—
2015**

НЕФТЬ

Определение давления паров методом расширения

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2016**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

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

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 июля 2015 г. № 78-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2015 г. № 1258-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33361—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6377–14 Standard test method for determination of vapour pressure of crude oil: VPCRx (Expansion method) [Стандартный метод определения давления паров нефти: VPCRx (метод расширения)].

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

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов ASTM, на которые даны ссылки, имеются в национальном органе по стандартизации.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2016

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

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 — 2017—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод автоматического определения давления паров нефти при температуре 37,8 °С с соотношением объемов паровой и жидкой фаз от 4:1 до 0,02:1 (от 4 до 0,02) соответственно и давлении от 25 до 180 кПа с помощью автоматических приборов.

Примечание 1 – Настоящий метод испытания можно применять для определения давления паров нефти при температуре от 0 °С до 100 °С и давлении до 500 кПа, для таких условий показатели прецизионности и смещение (см. раздел 14) не определены.

1.2 Настоящий метод испытания обеспечивает определение давления паров образцов нефти с температурой текучести выше 0 °С.

1.3 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными.

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.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 323 Test method for vapor pressure of petroleum products (Reid method) [Метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (метод Рейда)]

ASTM D 2892 Test method for distillation of crude petroleum (15-theoretical plate column [Метод дистилляции нефти (с использованием ректификационной насадочной колонны с 15 теоретическими тарелками)]

ASTM D 3700 Practice for obtaining LPG samples using a floating piston cylinder (Практика отбора проб сжиженного нефтяного газа с использованием цилиндра с плавающим поршнем)

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

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

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

ASTM D 5853 Test method for pour point of crude oils (Метод определения температуры потери текучести нефтей)

ASTM D 6708 Practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru лужбе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru нформационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

two test methods that purport to measure the same property of a material (Практика статистической оценки и уточнения предполагаемого соответствия между двумя методами испытаний, которые предусматривают измерение одного и того же свойства материала)

3 Термины, определения и сокращения

В настоящем стандарте использованы следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения

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** [vapor-liquid ratio (V/L)]: Соотношение объема паровой фазы к объему жидкой фазы образца для испытаний равновесной системы 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 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 паров, пробы которой вскипают при нормальном атмосферном давлении и температуре окружающей среды.

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

3.2.3 **эквивалентное давление паров по Рейду** [Reid vapor pressure equivalent (RVPE)]: Значение, вычисляемое по корреляционной формуле (см. формулу X1.1), используя $VPCR_4$ при температуре 37,8 °С, которое соответствует значению давления паров, полученному по ASTM D 323.

3.2.3.1 Пояснение – Формулу (X1.1) для определения RVPE можно использовать не для всех сырых нефтей, поэтому рекомендуется принимать $VPCR_4$ (38,7 °С) как результат для образца нестабилизированной нефти [см. 14.3 и X1.2 (приложение X1)].

3.2.4 **давление паров нефти** [vapor pressure of crude oil ($VPCR_X$)]: Давление в вакуумированной камере, создаваемое парами стабилизированной или нестабилизированной нефти, которая 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 паров по Рейду.

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

3.3.4 $VPCR_X$ – давление паров нефти при соотношении объемов паровой и жидкой фаз *X*.

4 Сущность метода

4.1 Образец определенного объема отбирают 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 паров $VPCR_X$ испытуемого образца нефти. При измерении испытуемый образец перемешивают от 5 до 30 мин встряхиванием измерительной камеры для достижения равновесия давления.

4.3 Для получения результатов, соответствующих результатам, полученным по ASTM D 323, 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 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 паров нефти является важным показателем для предприятий, осуществляющих добычу и переработку нефти.

5.3 Значение давления паров нефти при соотношении V/L 4:1 и температуре 37,8 °С ($VPCR_4$), определенное по настоящему стандарту, сопоставимо со значением давления паров, определенным для такого же продукта по ASTM D 323 (см. приложение X1).

5.4 Перед измерением давления паров не требуется охлаждение образца или насыщение образца воздухом.

5.5 Метод испытания можно применять для поточных измерений, при которых невозможно выполнить процедуру насыщения образца воздухом перед измерением.

6 Аппаратура

6.1 Используют аппаратуру, состоящую из измерительной камеры цилиндрической формы небольшой вместимости, и средства 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 минимальный «мертвый» объем камеры должен быть менее 1 % общего объема камеры. Поршень должен иметь встроенный статический датчик 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 должно регулироваться с точностью до 0,01.

Примечание 3 – Для определения показателей прецизионности и смещения использовали измерительные камеры из никелированного алюминия, нержавеющей стали и меди общей вместимостью 5 $см^3$. Можно использовать измерительные камеры разной конструкции вместимостью более 5 $см^3$, но для этих случаев показатели прецизионности и смещения не установлены.

6.1.2 Датчик давления должен иметь минимальный рабочий диапазон от 0 до 500 кПа с разрешением не менее 0,1 кПа и точностью не менее ± 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 следует использовать электронное регулирование температуры.

6.1.4 Для измерения температуры в измерительной камере следует использовать платиновый термометр сопротивления. Диапазон термометра должен быть не менее 0 °С – 100 °С с разрешением 0,1 °С и точностью ± 0,1 °С.

6.1.5 Аппаратура для определения давления паров должна иметь устройство для промывки измерительной камеры последующим вводимым образцом или растворителем с низким давлением паров.

6.1.6 Аппаратура для определения давления паров должна обеспечивать встряхивание образца при проведении измерения с частотой не менее 1,5 циклов 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 диапазоном от 0,01 до 0,67 кПа. Калибровку электронного вакуумметра следует регулярно проверяться

по ASTM D 2892 (см. приложение А).

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

Примечание 4 – В настоящем стандарте отсутствует подробное описание аппаратуры, которую можно использовать для проведения испытания. Подробное описание процедур 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[1]. Можно использовать реактивы другой квалификации, если чистота реактива не снижает точность определения.

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 D 5191[2] (см. таблицу 1). P_{tot}, используемое в ASTM D 5191, эквивалентно $VPCR_4$, используемому в настоящем методе испытаний. Такие эталонные топлива не следует использовать для калибровки аппарата.

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

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.

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

В килопаскалях

Эталонная жидкость	ARV (P_{tot}) ± неопределенность	Рекомендуемое изготовителем прибора допустимое отклонение	Допустимый диапазон измерения для эталонного топлива P_{tot}
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.

7.2 Эталонные жидкости

7.2.1 2,2-Диметилбутан (**Предупреждение –** Легко воспламеняется и опасен для здоровья).

7.2.2 2,3-Диметилбутан (**Предупреждение –** Легко воспламеняется и опасен для здоровья).

7.2.3 Пентан (**Предупреждение** – Легко воспламеняется и опасен для здоровья).

7.3 Растворители

7.3.1 Толуол (**Предупреждение** – Легко воспламеняется и опасен для здоровья).

7.3.2 Ацетон (**Предупреждение** – Легко воспламеняется и опасен для здоровья).

---

[1] 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).

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

8 Отбор и ввод пробы

8.1 Общие требования

8.1.1 Высокая чувствительность результатов определения давления паров нефти к потерям из-за испарения и изменений состава требует специальных мер предосторожности при отборе и обращении с пробами. Нестабилизированную нефть отбирают по ASTM D 3700. Стабилизированную нефть отбирают по ASTM D 4057. Если невозможно отбирать пробы по ASTM D 3700, используют ASTM D 4057.

Примечание 5 – Допускается отбирать пробы по ASTM D 4177 вместо ASTM D 4057.

8.1.2 Если общий объем испытуемой пробы для определения давления паров, включая процедуру промывки, не превышает 20 $см^3$, для отбора пробы по ASTM D 3700 используют цилиндр с плавающим поршнем вместимостью не менее 200 $см^3$. Можно использовать цилиндры с плавающим поршнем бóльшей 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 можно использовать сжатый воздух или любой негорючий сжатый газ. Цилиндр с плавающим поршнем должен иметь устройство для механического перемешивания (встряхиванием) пробы и второй клапан впуска для промывки.

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

8.1.4 Давление 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 паров.

8.1.5 Для контроля стабильности результатов испытаний с использованием чистых соединений (см. 11.1) допускается использовать контейнеры для проб меньшего объема 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 $см^3$.

8.2.2 Если пробу отбирают из источника, не находящегося под давлением, например из складского резервуара, танкера, бочки или из другого небольшого контейнера, ее отбирают по ASTM D 4057. Используют контейнер вместимостью 250 $см^3$ или 1 $дм^3$, заполняя пробой на 70 % – 80 %. Для обеспечения удовлетворительной прецизионности (воспроизводимости) испытания следует 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 D 4057 с аналогичными требованиями по заполняемому объему контейнера, если предполагают, что это может повлиять 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 потери текучести образца, определенной по ASTM D 5853.

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 вво-

да пробы плюс не менее 100 кПа для перемещения поршня. Приложенное давление противодействия не должно превышать предел измерения датчика давления, используемого в аппарате для определения давления паров.

8.3.3 Если проба содержится в контейнере, не находящемся под давлением, образец переносят в измерительную камеру с использованием пробоотборной трубки или шприца.

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 по результатам проверок качества результатов испытаний (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 может меняться в зависимости 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 измерительной камере (см. примечание 9). Создают в измерительной камере вакуум. Когда вакуумметр регистрирует давление менее 0,1 кПа, устанавливают датчик давления на ноль или на фактическое значение на вакуумметре в соответствии с инструкциями изготовителя прибора.

Примечание 9 – Дополнительная информация по калибровке электронных вакуумметров и техническому обслуживанию вакуумметров Мак-Леода приведена в ASTM D 2892 (приложение А, пункт А6.3).

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 статическую нагрузку. (**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, сертифицированному Национальным институтом стандартов и технологии (NIST) или национальным органом.

11 Контроль качества результатов испытаний

11.1 Для ежедневной проверки калибровки прибора используют эталонную жидкость (см. 7.2) с известным значением летучести. Для чистых химических соединений можно многократно отбирать пробы из одного контейнера в течение длительного времени. Насыщают эталонную жидкость воздухом при температуре от 0 °С до 1 °С по ASTM D 5191, пункт 8.4. Переносят эталонную жидкость в измерительную камеру с помощью пробоотборной трубки или шприца. При вводе пробы температура эталонной 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 эталонные значения ARV для $VPCR_4$ [P_{tot}] (37,8 °С) и пределы неопределенности (с доверительным интервалом не менее 95 %) эталонных жидкостей, использованных в межлабораторных исследованиях 2003 г. по ASTM D 5191. 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 давления в пределах интервалов допустимого диапазона измерения указывают, что прибор обеспечивает работу в соответствии с требованиями настоящего стандарта. Если значения давления вне интервалов допустимого диапазона измерения, проверяют качество чистого химического соединения (чистых химических соединений) и повторно проверяют калибровку прибора (см. раздел 10) (**Предупреждение** – Использование однокомпонентных эталонных жидкостей, например указанных в таблице 1, может подтвердить только правильность калибровки оборудования. Это не является проверкой прецизионности 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 паров (включая работу оператора) можно периодически проверять путем выполнения настоящего метода на ранее подготовленных пробах от одной партии продукта в соответствии с 8.1.2. Пробы следует хранить в условиях, обеспечивающих длительное хранение без изменения свойств. Анализ результатов испытаний этих проб для контроля качества можно выполнить с использованием методов контрольных карт[1)].

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

12 Проведение испытания

12.1 Устанавливают температуру ввода образца в измерительную камеру от 20 °С до 37,8 °С. Для образцов нефти с температурой текучести выше 15 °С устанавливают температуру ввода образца не менее чем на 5 °С выше температуры текучести образца.

12.2 Устанавливают соотношение V/L до требуемого значения по приложению X1 (для результатов испытания, соответствующих ASTM D 323, устанавливают соотношение V/L 4:1).

12.3 Если проба содержится в цилиндре с плавающим поршнем под давлением, для получения однородного образца ее тщательно перемешивают механической мешалкой или встряхивают контейнер с пробой, не находящейся под давлением.

12.4 Вводят образец в измерительную камеру в соответствии с инструкциями изготовителя. Объем образца должен быть таким, чтобы после достижения конечного объема измерительной камеры 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 Доводят температуру до значения температуры измерения (для результатов испытания, соответствующих ASTM D 323, устанавливают температуру 37,8 °С). Температура измерения должна не менее чем на 10 °С превышать температуру потери текучести пробы.

12.8 Ждут, пока не установится температурное равновесие между измерительной камерой и испытуемым образцом, затем контролируют общее давление паров каждые (30 ± 5) с. Регистрируют полученное давление паров как $VPCR_X$ (Tm°C), если три последовательных показания будут отличаться не более чем на 0,3 кПа.

[1)] 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).

13 Протокол испытаний

13.1 Регистрируют результаты, округленные до 0,1 кПа, включая температуру испытания и соотношение V/L.

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

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: повторяемость (сходимость) = 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 D 323

Было получено статистически значимое относительное смещение для нефти по результатам выполнения программы межлабораторных исследований между результатами $VPCR_4$ (37,8 °C), полученными по настоящему методу, и результатами определения давления паров по ASTM D 323 (см. приложение X1).

14.4 Прецизионность установлена по результатам программы межлабораторных исследований 2005 г. с участием 7 лабораторий и использованием 6 образцов нефти с диапазоном давления паров от 34 до 117 кПа[1)].

[1)] Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1643.

Приложение Х1
(справочное)

Относительное смещение по сравнению с методом по ASTM D 323

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 паров по Рейду (RVP), полученным по ASTM D 323 с использованием контейнеров, не находящихся под давлением, вместимостью 1 $дм^3$, оценивали по ASTM D 6708. Были определены значения смещения для данных образцов. Воспроизводимость метода испытания по ASTM D 323 для набора образцов нефти, использованных в программе межлабораторных исследований 2005 г, составляла R = 9 кПа [см. сноску 5)]. Из-за небольшого количества образцов нефти в программе межлабораторных исследований прямое сравнение результатов настоящего метода испытаний с результатами испытаний по ASTM D 323 является примерным.

Х1.2 Как указано в 14.3, в ограниченной программе межлабораторных исследований 2005 г. наблюдалось статистически значимое относительное смещение для сырой нефти между результатами $VPCR_4$ (37,8 °С), полученными по настоящему методу, и результатами определения давления паров по ASTM D 323. Для шести образцов сырой нефти, испытанных в ограниченной программе межлабораторных исследований, результаты определения RVP по ASTM D 323 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 является справедливой для всех нефтей, поэтому для всех нефтей рекомендуется сообщать $VPCR_4$ (37,8 °С). Если уравнение Х1.1 используют для оценки RVPE, то подтверждают его справедливость для образцов сырой нефти при испытании обоими методами – методом ASTM D 323 и настоящим методом. 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 D 323 образцов нестабилизированной сырой 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.

$$RVPE = A \cdot VPCR_4\,(37{,}8\ °C), \qquad (X.1.1)$$

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

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

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 настоящего стандарта. Программируют минимальную необходимую начальную температуру измерения, но не ниже температуры, установленной в 12.7 настоящего стандарта.

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

Х2.1.3 Результаты записывают в виде последовательности значений или в виде логарифмической зависимости $VPCR_x$ 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 ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам ASTM

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM D 323–08 Метод определения давления насыщенных паров нефтепродуктов (метод Рейда)	IDT	ГОСТ 31874–2012 Нефть сырая и нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров методом Рейда
ASTM D 2892 Метод дистилляции нефти (с использованием ректификационной насадочной колонны с 15 теоретическими тарелками)	–	*
ASTM D 3700 Практика отбора проб сжиженного нефтяного газа с использованием цилиндра с плавающим поршнем	–	*
ASTM D 4057–06 Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов	NEQ	ГОСТ 31873–2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб
ASTM D 4177 Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов	–	*
ASTM D 5191–13 Метод определения давления паров нефтепродуктов (мини-метод)]	IDT	ГОСТ 33157–2014 Нефтепродукты. Метод определения давления паров (мини-метод)
ASTM D 5853 Метод определения температуры текучести нефтей	–	*
ASTM D 6708 Практика статистической оценки и уточнения предполагаемого соответствия между двумя методами испытаний, которые предусматривают измерение одного и того же свойства материала	–	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM. Перевод данного стандарта ASTM находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов. Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - IDT – идентичные стандарты; - NEQ – неэквивалентные стандарты.		

УДК 665.61:536.423.15:006.354 МКС 75.040 IDT

Ключевые слова: нефть, давление паров, метод расширения

Редактор *А.А. Бражников*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.В. Балвановича*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 43 экз. Зак. 3700.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru