ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО МЕТРОЛОГИИ

**Р 50.2.075—
2010**

Государственная система обеспечения единства измерений

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Лабораторные методы измерения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»

2 ВНЕСЕНЫ Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 декабря 2010 г. № 1135-ст

4 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящим рекомендациям и текст изменений и поправок публикуются в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящих рекомендаций соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2011

Настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены 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 Требования к квалификации операторов . . . 3
5 Требования безопасности . . . 3
6 Условия измерений . . . 3
7 Определение плотности ареометрическим методом . . . 3
8 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы . . . 4
9 Подготовка к выполнению измерений . . . 5
10 Выполнение измерений . . . 5
11 Обработка результатов измерений . . . 7
12 Показатели точности ареометрического метода . . . 8
13 Определение плотности пикнометрическим методом . . . 9
14 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы . . . 9
15 Подготовка к выполнению измерений . . . 9
16 Выполнение измерений . . . 10
17 Обработка результатов измерений . . . 11
18 Показатели точности пикнометрического метода . . . 12
19 Определение плотности вибрационным методом . . . 13
20 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы . . . 13
21 Подготовка к выполнению измерений . . . 13
22 Выполнение измерений . . . 14
23 Обработка результатов измерений . . . 15
24 Оформление результатов измерений . . . 15
25 Показатели точности вибрационного метода . . . 15
Приложение А (обязательное) Методика оценки погрешности и вычисления неопределенности измерений плотности нефти ареометром . . . 16
Приложение Б (справочное) Поправки на взвешивание в воздухе . . . 20
Библиография . . . 21

Введение

Настоящие рекомендации разработаны с учетом положений ГОСТ Р 51069—97 «Государственная система обеспечения единства измерений. Нефть и нефтепродукты. Метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API ареометром», ГОСТ 3900—85 «Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности», МИ 2153—2004 «Рекомендация ГСИ. Плотность нефти. Методика выполнения измерений ареометром при учетных операциях», МИ 2823—2004 «Рекомендация ГСИ. Плотность нефтепродуктов при учетно-расчетных операциях. Методика выполнения измерений ареометром и программа (таблицы) приведения плотности нефтепродуктов к заданной температуре».

Р Е К О М Е Н Д А Ц И И П О М Е Т Р О Л О Г И И

Государственная система обеспечения единства измерений

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Лабораторные методы измерения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API

State system for ensuring the uniformity of measurements. Crude petroleum and petroleum products. Laboratory methods for determination of density, relative density and API gravity

Дата введения — 2011—07—01

1 Область применения

Настоящие рекомендации устанавливают лабораторные методы измерения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API нефти, нефтепродуктов или смесей нефти и жидких не нефтяных продуктов (далее — нефть и нефтепродукты), имеющих давление насыщенных паров (ДНП) не более 101,325 кПа.

Плотность нефти измеряют ареометрическим, пикнометрическим или вибрационным методом при стандартной температуре (20 °С или 15 °С). Допускается измерять плотность нефти при температуре, установленной исходя из физико-химических свойств испытуемой жидкости, либо близкой к температуре измерения объема жидкости, после чего показатели приводят к стандартной температуре, с использованием таблиц приложения к руководству [1] или по рекомендациям [2].

Настоящие рекомендации допускается применять при учетных операциях.

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51330.11—99 (МЭК 60079-12—78) Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 12. Классификация смесей газов и паров с воздухом по безопасным экспериментальным максимальным зазорам и минимальным воспламеняющим токам

ГОСТ Р 52659—2006 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 8.207—76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения

Издание официальное

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 400—80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 1756—2000 (ИСО 3007—99) Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2652—78 Калия бихромат. Технические условия

ГОСТ 3900—85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8505—80 Нефрас-С 50/170. Технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 22524—77 Пикнометры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 25828—83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 29230—91 (ИСО 835-4—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями, следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

3.1 В настоящих рекомендациях применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **плотность** (density): Отношение массы вещества к занимаемому им объему.

Примечание —.Для выражения плотности в системе СИ принята единица кг/м^3. Менее предпочтительно использование единиц: кг/л или г/мл.

3.1.2 **относительная плотность** (relative density): Отношение массы данного объема вещества при определенной температуре к массе равного объема чистой воды при той же или отличающейся от нее температуре. Оба значения температуры указывают при записи результатов.

Пример — (20/20) °C, (60/60) °F, (20/4) °C.

3.1.3 **плотность в градусах API (°API):** Специальная функция относительной плотности (удельного веса) (60/60) °F, которую вычисляют по формуле

$$^{\circ}\,\mathrm{API} = \left(\frac{141{,}5}{уд.вес(60/60)^{\circ}\mathrm{F}}\right) - 131{,}5. \qquad (1)$$

При записи результатов стандартную температуру не указывают, так как в определение включена температура 60 °F.

3.1.4 **наблюдаемые показания** (observed values): Показания ареометра, наблюдаемые при температуре, отличающейся от установленной стандартной температуры, но они не являются значениями плотности, относительной плотности или плотности в градусах API при других температурах.

3.1.5 **стандартные условия** (standard condition): Условия, соответствующие температуре 20 °C или 15 °C и избыточному давлению, равному нулю.

4 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц:

- прошедших, в установленном в нефтяной отрасли порядке, обучение и стажировку по специальности, получивших квалификацию лаборанта, товарного оператора, оператора автоматической заправочной станции (АЗС) и имеющих допуск к самостоятельной работе;
- изучивших настоящие рекомендации, инструкции по эксплуатации применяемых средств измерений и вспомогательных устройств, применяемых при выполнении измерений.

5 Требования безопасности

5.1 При выполнении измерений плотности нефти и нефтепродуктов возможно наличие следующих опасных и вредных производственных факторов:

- образование взрывоопасной среды;
- смесь паров нефти и нефтепродуктов с воздухом по степени взрывоопасности относится к категории II А-Т3 по ГОСТ 51330.11;
- загазованность воздуха рабочей зоны.

По степени воздействия на организм человека (токсичности) нефть, в зависимости от содержания в ней сероводорода, относится к 3-му классу опасности вредного вещества («умеренно опасное») или 2-му классу опасности («высокоопасное»), нефтепродукты относятся к 4-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

5.2 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать уровня предельно допустимых концентраций (ПДК), установленных в ГОСТ 12.1.005.

5.3 Помещения для работ с нефтью и нефтепродуктами должны быть оборудованы общеобменной вентиляцией.

5.4 Лица, привлекаемые к выполнению измерений, должны:

- пройти инструктаж по технике безопасности в соответствии с ГОСТ 12.0.004;
- соблюдать правила техники безопасности и пожарной безопасности, установленные для объекта, на котором проводят измерения.

5.5 Для работников, проводящих измерения в соответствии с настоящей рекомендацией, должна быть разработана инструкция по охране труда, которую утверждает руководитель структурного подразделения.

Рекомендации должны быть доведены до исполнителей под роспись.

6 Условия измерений

6.1 При выполнении измерений плотности нефти и нефтепродуктов в лаборатории должны выполняться следующие условия:

- температура окружающего воздуха в помещении лаборатории . . . . . (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление. . . . . (101,3 ± 4,0) кПа;
- относительная влажность окружающего воздуха в помещении лаборатории не более . . . . . 80 %.

6.2 При выполнении измерений плотности нефти и нефтепродуктов в месте отбора проб (на АЗС, в блоках измерения качества (БИК) и нефтебазах) в протокол измерений вносят текущие значения атмосферного давления, температуры окружающего воздуха и влажности.

7 Определение плотности ареометрическим методом

Метод определения основан на действии гидростатического закона Архимеда — глубина погружения тела в жидкость зависит от плотности жидкости.

7.1 Термометр погружают в цилиндр, заполненный подготовленной пробой испытуемого продукта, и перемешивают палочкой для выравнивания температуры и плотности по всему объему цилиндра. Записывают показания термометра. Затем помещают в цилиндр ареометр и после прекращения колебаний снимают показания со шкалы ареометра. Показания по шкале ареометра приводят к стандартной температуре по руководству [1] и рекомендациям [2].

8 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

8.1 Ареометры для нефти стеклянные типа АН или АНТ-1 с ценой деления 0,5 кг/м^3 по ГОСТ 18481 и ареометры, отградуированные при 15 °С по [3]. Ареометры, отградуированные в единицах относительной плотности и плотности в градусах API в соответствии со спецификациями по [4] или по [5] (см. таблицу 1).

Допускается применять аналогичные ареометры, удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций.

Таблица 1

Единица измерений	Диапазон измерений	Цена деления	Погрешность	Поправка на мениск
г/см^3 при 15 °С или 20 °С	0,600—1,100 0,600—1,100	0,0005 0,001	± 0,0003 ± 0,0006	+ 0,0007 + 0,0014
кг/м^3 при 15 °С или 20 °С	600—1100 600—1100	0,5 1,0	± 0,3 ± 0,6	+ 0,7 + 1,4
(60/60) °F	0,600—1,100 0,600—1,100 0,650—1,100	0,0005 0,001 0,0005	± 0,0003 ± 0,0006 ± 0,0005	+ 0,0007 + 0,0014 —

8.2 Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа ТЛ-4 с ценой деления 0,1 °С по [6] или термометр стеклянный для испытаний нефтепродуктов типа ТИН 5 с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 400.

Примечание — В случае применения термометра по ГОСТ 400 он должен быть откалиброван на полное погружение.

Допускается применять цифровые термометры с унифицированным выходным сигналом, удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций.

8.3 Ареометры и термометры должны иметь свидетельства о поверке.

8.4 Цилиндр для ареометра может быть изготовлен из прозрачного стекла в соответствии с требованиями ГОСТ 18481 или двустенным термостатируемым, специально изготовленным для измерений плотности ареометром. Внутренний диаметр цилиндра должен быть больше внешнего диаметра ареометра не менее чем на 25 мм и высота должна быть такой, чтобы при погружении соответствующего ареометра в испытуемую пробу жидкости зазор между основанием ареометра и дном цилиндра составлял не менее 25 мм.

8.5 Конструкцией воздушного или жидкостного термостата должна быть обеспечена возможность размещения цилиндра для ареометра. В случае использования жидкостного термостата уровень поверхности испытуемой жидкости в цилиндре должен быть ниже уровня поверхности жидкости в термостате. Температуру жидкости в термостате поддерживают с погрешностью не более 0,2 °С в течение всего процесса измерения.

8.6 Мешалка, изготовленная из стекла, должна быть длиной не менее 400 мм.

8.7 Фильтровальная бумага.

8.8 Штативы для закрепления термометров в фиксированном положении в цилиндрах.

8.9 Емкость для отбора и переноса пробы нефти и нефтепродуктов по ГОСТ 2517.

8.10 Бензин-растворитель БР-2 «Галоша» по [7].

8.11 Нефрас- С 50/170 по ГОСТ 8505.

8.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.13 Трубка резиновая или силиконовая либо другое устройство, позволяющее перенести пробу закрытым способом.

Допускается применять другие аналогичные по назначению средства измерений и технические средства, допущенные к применению в установленном порядке, если их характеристики аналогичны требованиям, указанным в настоящих рекомендациях.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Отбор пробы нефти и нефтепродуктов для анализа в соответствии с требованиями ГОСТ 2517, имеющих давление насыщенных паров не более 40 кПа проводят в открытый сосуд, отбор проб нефти и нефтепродуктов с давлением насыщенных паров более 40 кПа — в закрытый сосуд. Объем пробы должен быть не менее 2 $дм^3$. Перед заполнением измерительного цилиндра пробу делят на две части.

9.2 При измерении плотности, во избежание ошибок из-за потери легких фракций, легколетучие образцы нефти и нефтепродуктов отбирают с помощью пробоотборника с сифоном. В случае его отсутствия осуществляют быстрый перенос отобранной пробы в охлажденный до температуры 2 °С и ниже контейнер. Перемешивание проб осуществляют в закрытом контейнере. Перед измерениями плотности не рекомендуется перемешивать тяжелые битуминозные смеси.

9.3 Пробу, отобранную с помощью автоматического пробоотборника в контейнер пробоотборника, перемешивают миксером, предназначенным для перемешивания пробы в контейнерах данного типа. Для получения представительной пробы из резервуара для проведения испытаний нефть и нефтепродукты необходимо смешивать в закрытом контейнере без нарушения герметичности.

9.3.1 Нефть с высоким содержанием парафина (более 6 %) — если температура потери текучести нефти около 15 °С, то пробу нагревают до температуры на 9 °С выше температуры потери текучести.

9.3.2 Если нефтепродукт имеет температуру застывания около 10 °С, или температуру помутнения, или температуру начала кристаллизации около 15 °С, то пробу нагревают до температуры на 9 °С выше температуры застывания или на 3 °С выше температуры помутнения или температуры начала кристаллизации перед смешиванием.

9.4 Ареометр, цилиндр, пробоотборник и оборудование, применяемое при измерениях, моют нефрасом или горячей водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат на воздухе.

10 Выполнение измерений

10.1 Температура испытаний

10.1.1 Образец пробы доводят до температуры испытаний, которая должна быть такой, чтобы проба была достаточно жидкой (на 9 °С выше температуры застывания), но не горячей (не более 40 °С), чтобы не вызвать потерю легких фракций.

Примечания

1 Плотность, относительная плотность или плотность в градусах API определяется ареометром с наибольшей точностью при температуре, близкой к стандартной.

2 Объем и плотность, относительную плотность и плотность в градусах API корректируют по руководству [1] и рекомендациям [2], основанным на средних значениях коэффициентов расширения для нефти и нефтепродуктов. Использование коэффициентов, приведенных в руководстве [1] и рекомендациях [2] при температуре испытания пробы, приводит к уменьшению разности между коэффициентом расширения испытуемой пробы при температуре испытания и коэффициентом при стандартной температуре.

10.2 Измерение плотности

10.2.1 Цилиндр для ареометра устанавливают на ровную, горизонтальную поверхность в месте, где нет сквозняков и температура окружающего воздуха не изменяется более чем на 2 °С во время проведения испытаний. Если температура испытуемой пробы отличается от температуры окружающего воздуха более чем на 3 °С, используют термостат, чтобы сохранить постоянство температуры в процессе измерений.

Пробу переносят в чистый, сухой цилиндр для ареометра закрытым способом при помощи трубки, опущенной до дна, чтобы избежать образования воздушных пузырьков и обеспечить минимальное испарение низкокипящих фракций летучих образцов.

10.2.2 Перед погружением ареометра в цилиндр удаляют пузырьки воздуха с поверхности пробы чистой фильтровальной бумагой.

10.2.3 Погружают мешалку в испытуемую пробу, комбинируя вертикальные перемещения с вращением мешалки, чтобы выровнять температуру по всему объему цилиндра. Извлекают мешалку из цилиндра. Затем погружают в цилиндр палочку для перемешивания, датчик автоматического термометра или ртутный термометр закрепляя его так, чтобы участок шкалы, соответствующий температуре испытуемой пробы, был на 5—10 мм выше уровня жидкости. Записывают температуру образца с точностью до 0,1 °С и извлекают термометр из цилиндра.

10.2.4 В зависимости от физико-химических свойств испытуемого продукта, пробу доводят до температуры испытания, приведенной в таблице 2, и переносят в цилиндр для ареометра.

Таблица 2

Вид испытуемого продукта	Характеристика продукта	Температура испытаний
Легколетучий	Давление насыщенных паров ниже 180 кПа	Охлаждают в закрытом сосуде до 2 °С и ниже
Средней летучести	Температура начала кипения не выше 120 °С	Охлаждают в закрытом сосуде до 20 °С и ниже
Средней летучести и вязкий	Температура начала кипения не выше 120 °С, вязкость более 10000 мм^2/с при 20 °С	Нагревают до температуры начала текучести
Нелетучий	Температура начала кипения выше 120 °С	Испытывают при любой температуре не выше 90 °С

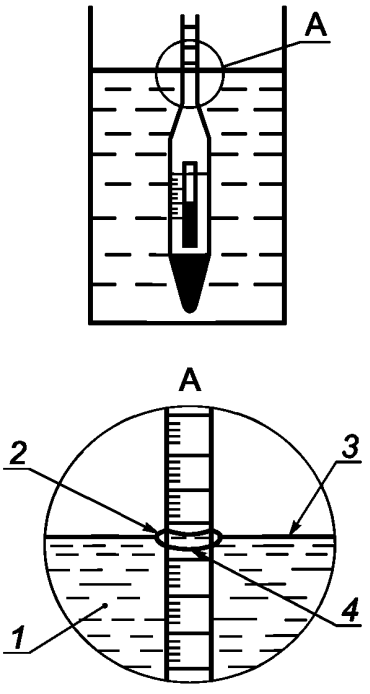
В случаях, не приведенных в таблице 2, пробу выдерживают при температуре окружающей среды до достижения температуры испытаний.

10.2.5 Ареометр берут за верхний конец стержня, свободный от шкалы, и погружают его в испытуемый образец, до тех пор пока до предполагаемой отметки ареометрической шкалы не останется 2—3 деления, затем отпускают стержень легким вращательным движением. При этом ареометр не должен касаться стенок цилиндра и часть стержня, расположенная выше уровня погружения ареометра, оставалась сухой и чистой. Для прозрачных жидкостей с низкой вязкостью проверяют форму мениска. Для этого ареометр погружают приблизительно на 1—2 мм ниже положения равновесия и затем возвращают в начальное положение. Если форма мениска изменяется, очищают шкалу ареометра 2—3 каплями нефраса и повторяют операцию до тех пор, пока форма мениска не перестанет изменяться.

10.2.6 Для непрозрачных вязких (кинематическая вязкость более 200 мм^2/с) жидкостей ареометр медленно погружают в жидкость до получения стабильных показаний ареометра.

10.2.7 После прекращения колебаний ареометра снимают показания шкалы ареометра с точностью до 0,1 кг/м^3.

10.2.8 Для прозрачных жидкостей отсчет показаний проводят по линии раздела жидкостью шкалы ареометра в соответствии с рисунком 1, при этом положение глаз наблюдателя должно быть на уровне мениска.



1 — жидкость, *2* — точка записи показаний, *3* — горизонтальная поверхность, *4* — мениск

Рисунок 1 — Показание шкалы ареометра для прозрачных жидкостей

10.2.9 Для непрозрачных жидкостей (рисунок 2) показание шкалы ареометра считывают по верхнему краю мениска (при этом положение глаз наблюдателя должно быть на уровне мениска). При использовании ареометров, градуированных по нижнему краю мениска, в показания ареометров вводят поправку на мениск в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 — Поправки на мениск

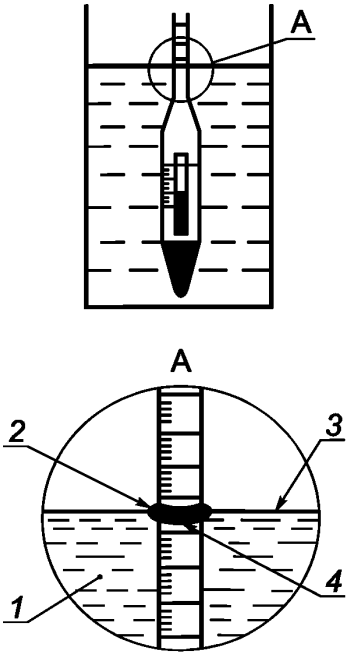
Диапазон измерений плотности, кг/м^3	Цена деления шкалы	Поправка на мениск
600—1100	0,5	+ 0,7
600—1100	1,0	+ 1,4

10.2.10 После снятия показаний ареометр осторожно вынимают из жидкости, помещают в цилиндр термометр или датчик цифрового термометра и перемешивают испытуемую пробу жидкости, двигая мешалку вертикально. Записывают температуру испытуемой пробы с точностью до 0,1 °С. Если эта температура отличается от первоначально измеренной в соответствии с 10.2.3 более чем на 0,5 °С, повторяют измерения ареометром и термометром до тех пор, пока температура не стабилизируется в пределах 0,5 °С.

Если стабильная температура не может быть обеспечена, помещают цилиндр для ареометра в термостат.

Примечание — Если температура испытания выше чем 38 °С, то ареометры со свинцовыми грузилами, залитыми воском, после применения оставляют стекать в вертикальном положении.

10.2.11 Операции по 10.2.1—10.2.9 повторяют, используя вторую часть пробы.



1 — жидкость, *2* — точка записи показаний, *3* — горизонтальная поверхность, *4* — мениск

Рисунок 2 — Показание шкалы ареометра для непрозрачных жидкостей

11 Обработка результатов измерений

11.1 Показания ареометра пересчитывают к стандартным условиям (при температуре 20 °С или 15 °С) в соответствии с руководством [1] и рекомендациями [2].

11.2 За результат измерения плотности испытуемой жидкости принимают значение, вычисленное по 10.2.9. Записывают среднее из двух значений температуры с точностью до 0,1 °С, записывают значение плотности, полученное по ареометру с точностью до 0,1 кг/м^3, 0,0001 г/см^3 или 0,1 °API.

Если расхождения между полученными результатами измерений плотности в двух частях пробы не превышают *r*, оба результата измерений признают приемлемыми и в качестве окончательного наблюдаемого показания принимают среднеарифметическое значение двух показаний.

Если расхождения между полученными показаниями пробы превышают *r*, то проводят проверку приемлемости показаний ареометра в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Если температура измерения t плотности ρ_t испытуемой жидкости ареометром отличается от температуры калибровки t_k = 20 °С или t_k = 15 °С более, чем на ± 3,0 °С, в показания ареометра вводят поправку на расширение стекла ареометра: $\rho_t = \rho_{t,\,ap} \cdot K$

Для ареометров, градуированных при 20 °С, коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = 1 - 0{,}000025(t - 20). \quad (3)$$

Для ареометров, градуированных при 15 °С, коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = 1 - 0{,}000023\,(t - 15) - 0{,}00000002\,(t - 15)^2. \quad (4)$$

11.3 Откорректированные показания шкалы ареометра по плотности, относительной плотности или плотности в градусах API пересчитывают к стандартным условиям (при температуре 20 °С или 15 °С), используя таблицы измерения показателей нефти и нефтепродуктов в соответствии с руководством [1] и рекомендациями [2].

11.4 Значение плотности в кг/м^3 преобразуют в значение плотности в г/мл или в кг/л путем деления на 10^3.

11.5 Окончательное значение плотности, выраженной в кг/м^3 при стандартной температуре, записывают до 0,1, выраженной в кг/л или в г/мл, записывают до 0,0001.

Окончательное значение плотности в относительных единицах при двух стандартных температурах записывают с точностью до 0,0001.

Окончательное значение плотности, выраженное в градусах API, записывают с точностью до 0,1 °API.

11.6 При выполнении учетных операций показания ареометра пересчитывают к условиям измерения объема $\rho_{1,2}$ по формуле

$$\rho_{1,2} = \frac{\rho_{AP} K}{[1+\beta(t-t_{AP})](1-\gamma P)}, \quad (5)$$

где $\rho_{1,2}$ — значения плотности нефти в первой и второй частях пробы по показаниям ареометра, пересчитанные к условиям измерений объема или плотности нефти, кг/м^3;

ρ_{AP} — показание ареометра с учетом поправки на мениск, кг/м^3;

K — поправка на расширение стекла ареометра, вычисляемая в соответствии с формулами (3) и (4);

t_{AP} — показание термометра при измерениях плотности ареометром, °С;

β — коэффициент объемного расширения нефти и нефтепродуктов, значения которого приведены в рекомендациях [2], приложение Г (таблицы Г.1 и Г.2);

t — температура нефти и нефтепродуктов при измерениях объема, °С;

γ — коэффициент сжимаемости нефти и нефтепродуктов, значения которого приведены в рекомендациях [2], приложение В (таблицы В.1 и В.2);

P — избыточное давление нефти при измерениях объема (плотности), МПа.

Пересчет показаний ареометра по формуле (5) можно проводить при значениях разности температур $(t - t_{AP})$, не превышающих $\pm$ 10 °С. Если разность температур превышает указанные значения, для пересчета показаний ареометра используют программу в соответствии с рекомендациями [2]; при этом поправка на температурное расширение стекла, из которого изготовлен ареометр, вводится автоматически.

11.7 Оценку исключаемой систематической погрешности измерения плотности нефти и нефтепродуктов ареометром, обусловленную испарением легких фракций при отборе и анализе пробы, проводят в соответствии с приложением А.

12 Показатели точности ареометрического метода

12.1 Предел повторяемости (сходимость) *r*

Два результата определений плотности двух частей испытуемой пробы жидкости, полученные одним исполнителем с использованием одного и того же оборудования при одинаковых условиях, признают достоверными с доверительной вероятностью P = 0,95, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 — Сходимость

Продукт	Диапазон температуры испытаний, °С	Предел повторяемости, кг/м^3
Прозрачный	от –2 до 24,5	0,5
Непрозрачный	от –2 до 24,5	0,6

12.2 Предел воспроизводимости *R*

Два результата измерений плотности одной пробы испытуемой жидкости, полученные разными исполнителями в разных лабораториях с использованием различного оборудования, признают достоверными с доверительной вероятностью P = 0,95, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5 — Воспроизводимость

Продукт	Диапазон температуры испытаний, °С	Воспроизводимость, кг/м^3
Прозрачный	от –2 до 24,5	1,2
Непрозрачный	от –2 до 24,5	1,5

12.3 Пределы допускаемой абсолютной погрешности результата измерений плотности прозрачной испытуемой жидкости с доверительной вероятностью P = 0,95 по настоящим рекомендациям — не более 1,2 кг/м^3, для непрозрачной жидкости — не более 1, 5 кг/м^3.

12.4 Расширенная неопределенность измерений плотности испытуемой жидкости с коэффициентом охвата k = 2 по настоящим рекомендациям — не более 1,2 кг/м^3.

Примечание — Для вязкой сырой нефти и нефтепродуктов, а также, если температура испытаний выходит за пределы, приведенные в таблицах 4 и 5, данные о характеристиках точности отсутствуют и их определяют при аттестации методик измерений конкретных продуктов.

13 Определение плотности пикнометрическим методом

Пикнометрический метод определения плотности жидкости основан на взвешивании жидкости, занимающей в пикнометре известный объем, найденный массовым способом.

Метод применим для сырой нефти, жидких и твердых нефтепродуктов, а также гудронов, асфальтов, битумов, креозотов и смеси этих продуктов с нефтепродуктами, кроме сжиженных и сухих газов, получаемых при переработке нефти, и легколетучих жидкостей, имеющих при температуре испытания давление насыщенных паров по Рейду (ДНП) более 50 кПа и кинематическую вязкость не более 40000 мм^2/с.

13.1 Жидкий образец помещают в пикнометр, выдерживают до достижения температурного равновесия при заданной температуре и взвешивают.

Плотность рассчитывают, определяя разность полученной массы пикнометра с жидкостью и предварительно определенного калибровочного фактора (масса пустого пикнометра) с учетом поправки на равновесие в воздухе.

14 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

14.1 Пикнометры типов ПЖ-1, ПЖ-2, ПЖ-3, ПТ по ГОСТ 22524.

14.2 Термостат, обеспечивающий поддержание температуры измерения с погрешностью не более 0,2 °С.

14.3 Термометры ртутные стеклянные типа ТЛ-4 по [6].

14.4 Весы неавтоматического действия специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с максимальной нагрузкой 200 г и действительной ценой деления шкалы d не более 0,1 мг.

14.5 Пипетки по ГОСТ 29230 или дозаторы.

14.6 Футляр для пикнометра с герметично закрывающейся пробкой.

Примечание — Допускается применение средств измерений и оборудования, имеющих характеристики, удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций.

14.7 Хромовая смесь (60 г двухромовокислого калия по ГОСТ 2652, 0,1 дм^3 дистиллированной воды и 1 дм^3 серной кислоты, х.ч. или ч.д.а по ГОСТ 4204); ацетон по ГОСТ 2603; нефрасы по ГОСТ 8505.

15 Подготовка к выполнению измерений

15.1 Пикнометр и пробку с капилляром тщательно моют хромовой смесью, затем дистиллированной водой и высушивают. Для предотвращения появления статического заряда поверхность пикнометра протирают слегка влажной льняной тканью.

15.2 Калибруют пикнометр (определяют «водное число» пикнометра).

Чистый сухой пикнометр взвешивают на аналитических весах, наполняют при помощи пипетки свежеприготовленной дистиллированной водой, охлажденной до температуры 18 °С—20 °С.

Пикнометры типов ПЖ-1, ПЖ-2, ПТ заполняют немного выше метки, пикнометр типа ПЖ-3 — до полного заполнения, следя за тем, чтобы в пикнометр не попали воздушные пузырьки, и погружают до горловины в термостат.

Пикнометр выдерживают не менее 30 мин в термостате при температуре 20 °С.

Когда уровень воды в шейке пикнометра с меткой перестанет изменяться, избыток воды отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой и вытирают шейку пикнометра изнутри. Уровень воды в пикнометре определяют по верхнему краю мениска.

В пикнометре с капилляром в пробке вода выступает из капилляра. Избыток ее удаляют фильтровальной бумагой.

Пикнометр с установленным при 20 °С уровнем воды тщательно вытирают снаружи льняной тканью и взвешивают.

Постоянную калибровки пикнометра m («водное число») вычисляют по формуле

$$m = m_c - m_0, \quad (6)$$

где m_c — масса пикнометра с водой, г;

m_0 — масса пустого пикнометра, г.

Для установления «водного числа» пикнометра проводят не менее трех измерений. За результат измерений принимают среднеарифметическое трех последовательных измерений.

Предел погрешности измерений массы воды в пикнометре не должен превышать ± 0,0002 г.

При необходимости определения плотности при температуре, отличной от 20 °С, его калибруют при требуемой температуре измерения плотности.

16 Выполнение измерений

16.1 При определении плотности вязкой жидкости пикнометр, пипетку и образец жидкости подогревают в сушильном шкафу до рабочей температуры, соответствующей жидкому состоянию образца и малой летучести.

Набирают требуемое количество образца в пипетку и немедленно заполняют теплый пикнометр, стараясь не допустить образования воздушных пузырьков в пикнометре и в его капилляре. Пикнометры типов ПЖ-1, ПЖ-2, ПТ заполняют на 10—20 мм выше метки, а пикнометр типа ПЖ-3 — выше расширенной части капилляра в зависимости от того, какое сжатие образца при охлаждении пикнометра ожидается.

Пикнометр закрывают пробкой и погружают до горловины в термостат.

Так как уровень жидкости в пикнометре продолжает уменьшаться, добавляют жидкость до тех пор, пока уровень жидкости в капилляре перестанет изменяться или мениск жидкости установится чуть выше метки на горловине пикнометра при заданной температуре измерения. Выдерживают пикнометр в термостате до достижения температурного равновесия (как правило, не менее 30 мин). Избыток жидкости, если необходимо, отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой.

Извлекают пикнометр из термостата, промывают наружную поверхность ацетоном, тщательно вытирают снаружи льняной тканью и ждут, пока пикнометр не примет комнатную температуру, после чего взвешивают с указанной выше погрешностью.

16.2 Измерение плотности твердых образцов нефтепродуктов

Пикнометр заполняют мелкими кусочками твердого образца (примерно наполовину), помещают его в термостойкий контейнер и нагревают до температуры 8 °С—12 °С выше точки плавления образца в сушильном шкафу до полного расплавления.

После охлаждения заполненного расплавом пикнометра до комнатной температуры взвешивают его с указанной выше погрешностью.

Пикнометр с испытуемым продуктом заполняют свежеприготовленной дистиллированной водой, снимая образующиеся воздушные пузырьки тонкой проволокой.

Заполненный пикнометр погружают до горловины в термостат и выдерживают до достижения температурного равновесия при заданной температуре, пока все воздушные пузырьки не выйдут на поверхность и уровень жидкости в пикнометре не установится.

Затем пикнометр закрывают крышкой (пробкой с капиллярной трубкой), имеющей температуру испытания, не допуская возникновения воздушных пузырьков под крышкой.

Удаляют избыток воды с поверхности капиллярной трубки и устанавливают мениск жидкости на уровне поверхности крышки. Пикнометр вынимают из термостата и осушают с помощью льняной ткани, после чего взвешивают с погрешностью, установленной выше.

16.3 Измерение плотности двухколенным пикнометром

Метод применяется для измерения плотности продуктов с давлением насыщенных паров не более 130 кПа, с кинематической вязкостью при температуре измерения не более 50 мм^2/с и в том случае, когда количества испытуемого продукта недостаточно для заполнения пикнометров других типов.

16.3.1 Пустой пикнометр взвешивают с погрешностью не более ± 0,0002 г. Заполняют дистиллированной водой, поместив в жидкость кривой конец и удерживая пикнометр в вертикальном положении. После заполнения пикнометр помещают в термостат таким образом, чтобы уровень жидкости в пикнометре был ниже уровня жидкости в термостате. Задаваемая температура измерения в термостате должна поддерживаться с погрешностью не более 0,1 °С. После выдержки пикнометра в термостате (не менее 30 мин) отмечают уровень жидкости в каждом колене пикнометра. Пикнометр извлекают из термостата, высушивают с помощью льняной ткани и взвешивают.

Разность масс пустого и наполненного пикнометра является «водным числом» пикнометра при температуре калибровки и соответствует сумме отсчетов уровней по обеим шкалам в коленах пикнометра.

16.3.2 Пикнометр калибруют в трех точках (минимальное, максимальное и промежуточное деления шкал), определяя массу дистиллированной воды и соответствующий ей уровень в делениях шкалы. На основании этих данных строят калибровочный график: по оси абсцисс откладывают значения «водных чисел», по оси ординат — суммы отсчетов уровня воды по обеим шкалам.

Все точки должны лежать на прямой линии, которая показывает «водное число» пикнометра для любого суммарного показания шкал. Если разброс точек превышает два малых деления шкалы с любой стороны от прямой линии, калибровку повторяют.

Всего в процессе калибровки необходимо получить не менее трех пар достоверных результатов.

16.3.3 Пикнометр с установленным «водным числом» взвешивают с погрешностью не более ± 0,0002 г и заполняют испытуемым продуктом при заданной температуре измерения.

Если температура измерения ниже температуры окружающей среды или испытуемый продукт является легколетучим, пикнометр заполняют до самого низкого калиброванного деления шкалы.

Заполненный пикнометр помещают в термостат при температуре измерения и выдерживают в течение 30 мин, после чего отсчитывают уровень по обеим шкалам капиллярной трубки. При испытании более вязких продуктов уровень отсчитывают, когда уровни жидкости в обеих капиллярных трубках установятся.

Пикнометр вынимают из термостата, высушивают и выдерживают на воздухе, чтобы температуру жидкости в пикнометре привести к температуре окружающей среды, затем взвешивают с погрешностью не более ± 0,0002 г.

16.3.4 При определении плотности легколетучих жидкостей пикнометр и измеряемый продукт охлаждают до температуры 0 °С—5 °С. Если происходит конденсация влаги, то к одной из капиллярных трубок присоединяют трубочку с осушителем, при этом важно, чтобы в капиллярной трубке было как можно меньше испытуемого продукта. Минимальные потери летучих компонентов и оптимальная скорость испарения достигаются при длине пустой капиллярной трубки более 10 см.

17 Обработка результатов измерений

17.1 Вычисление плотности нефти и нефтепродуктов

Плотность жидких продуктов ρ_t вычисляют по формуле (7), если температура измерения соответствует температуре калибровки пикнометра ($t_c = t_t$). При температуре измерения, отличной от температуры калибровки, плотность вычисляют по формуле (8)

$$\rho_t = \frac{(m_t - m_0)\rho_c}{(m_c - m_0)} + C; \quad (7)$$

$$\rho_E = \left[\frac{(m_t - m_0)\rho_c}{(m_c - m_0)} + C\right]\left[\frac{1}{1 - \alpha(t_c - t_t)}\right], \quad (8)$$

где ρ_t — плотность образца при температуре измерения, кг/м^3;

ρ_c — плотность воды при температуре калибровки пикнометра (определение водного числа по [8]), кг/м^3;

t_0 — температура калибровки пикнометра, °С;

t_t — температура, при которой проводится измерение, °С;

m_0 — масса пустого пикнометра на воздухе, г;

m_c — масса пикнометра с водой на воздухе при температуре калибровки, г;

m_t — масса пикнометра с пробой на воздухе при температуре измерения, г;

C — поправка на взвешивание воздуха (приложение Б).

α — коэффициент объемного расширения стекла, из которого изготовлен пикнометр, °С$^{-1}$.

17.2 Расчет относительной плотности

Относительную плотность получают в результате деления найденного значения плотности образца на значение плотности воды при той же температуре определения.

17.3 Поправка на термическое расширение стекла пикнометра

В результаты измерений плотности, полученные при температуре, отличающейся от температуры калибровки пикнометра, необходимо вводить поправку на термическое расширение стекла, из которого изготовлен пикнометр.

Если коэффициент объемного расширения стекла неизвестен, то используют значение $\alpha = 10 \cdot 10^{-6}$ °С$^{-1}$.

18 Показатели точности пикнометрического метода

18.1 Предел повторяемости (сходимость) *r*

Два результата определений плотности двух частей пробы испытуемой жидкости, полученные одним исполнителем с использованием одного и того же оборудования при одинаковых условиях, признают достоверными с доверительной вероятностью $P = 0,95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице 6.

18.2 Предел воспроизводимости *R*

Два результата измерений плотности одной пробы испытуемой жидкости, полученные разными исполнителями в разных лабораториях с использованием различного оборудования, признают достоверными с доверительной вероятностью $P = 0,95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6 — Показатели точности

Диапазон измерений плотности, кг/м^3	Показатель точности	
от 777,0 до 892,0	Повторяемость *r*	0,7
от 777,0 до 892,0	Воспроизводимость *R*	1,0

18.3 Пределы допускаемой абсолютной погрешности результата измерений плотности испытуемой жидкости с доверительной вероятностью $P = 0,95$ по настоящим рекомендациям — не более 1,0 кг/м^3.

18.4 Расширенная неопределенность измерений плотности испытуемой жидкости с коэффициентом охвата $k = 2$ по данным рекомендациям — не более 1,0 кг/м^3.

Примечание — Для твердых нефтепродуктов, а также для нефти и нефтепродуктов, плотность которых выходит за пределы, приведенные в таблице 6, данные о характеристиках точности отсутствуют и их определяют при аттестации методик измерений конкретных продуктов.

19 Определение плотности вибрационным методом

19.1 Определение плотности вибрационным методом заключается в измерениях плотности нефти и нефтепродуктов с помощью лабораторных плотномеров.

Небольшое количество пробы, объемом около 0,7 мл, помещают в осциллирующую *U*-образную трубку и изменение частоты осцилляции, вызываемое изменением массы трубки, используют с учетом калибровочных коэффициентов прибора для расчета плотности пробы.

20 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

20.1 Лабораторный плотномер или цифровой анализатор плотности.

20.2 Автоматический пробоотборник в соответствии с ГОСТ 2517.

20.3 Ручной пробоотборник в соответствии с ГОСТ 2517.

20.4 Термостат жидкостный для предварительного термостатирования испытуемой пробы жидкости, поддерживающий заданную температуру с погрешностью не более ± 0,05 °С.

20.5 Шприцы с наконечником, емкостью 1 или 2 мл.

20.6 Гептан по ГОСТ 25828 для промывки осциллирующей *U*-образной трубки анализатора плотности.

20.7 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

20.8 Хромовая смесь (60 г двухромовокислого калия по ГОСТ 2652, 0,1 дм^3 дистиллированной воды и 1 дм^3 серной кислоты, х.ч. или ч.д.а по ГОСТ 4204); ацетон по ГОСТ 2603; нефрасы по ГОСТ 8505.

Примечание — Все типы применяемых цифровых анализаторов плотности должны быть сертифицированы и иметь свидетельства о поверке.

Цифровой анализатор плотности (плотномер) может показывать систематическую погрешность до 1 кг/м^3 из-за влияния вязкости. Чтобы свести влияние вязкости к минимуму, необходимо при калибровке анализатора плотности использовать сертифицированные ГСО, вязкость и химическая природа которых аналогична вязкости и химической природе испытуемой пробы.

При измерении плотности проб жидкости при заданной температуре измерительной трубки ниже точки росы окружающего воздуха могут возникать погрешности измерений из-за осаждения конденсата на поверхности измерительной трубки. Поэтому такие измерения необходимо проводить в помещении с низкой относительной влажностью (менее 40 %).

21 Подготовка к выполнению измерений

21.1 Пробу нефти и нефтепродуктов отбирают по ГОСТ 2517 и ГОСТ Р 52659. Чтобы гомогенизировать пробу испытуемого образца жидкости, она должна быть перемешена. Перемешивание допускается проводить по методике, изложенной в [9].

Перемешивание пробы нефтепродукта в открытом сосуде может привести к потере легких фракций, поэтому перемешивание пробы проводят в закрытом сосуде при температуре окружающего воздуха.

21.2 Калибровку анализатора плотности проводят при температуре измерения плотности испытуемой пробы жидкости в соответствии с руководством по эксплуатации.

21.3 Калибровку анализатора плотности проводят перед началом работы или при изменении температуры измерения. При проведении текущих измерений калибровку анализатора проводят еженедельно или более часто в случае измерений проб сырой нефти.

21.4 При первоначальной калибровке или калибровке, выполняемой после изменения температуры испытания, постоянные калибровки в зависимости от периода осцилляции трубки, заполненной сертифицированным стандартным образцом плотности, изменяют.

21.5 Вводят около 0,7 мл стандартного образца плотности в осциллирующую *U*-образную трубку анализатора, используя подходящий шприц. Следят за тем, чтобы трубка анализатора плотности была полностью заполнена жидкостью. Образец плотности не должен содержать даже небольшого количества воздушных или газовых пузырьков. После установления в пробе температуры измерений записывают показания анализатора. Если отклонения сравниваемых значений аттестованного значения

плотности и показаний анализатора плотности не превышают ± 0,1 кг/м^3 (0,0001 г/см^3), измерения могут быть продолжены после высушивания измерительной кюветы.

21.6 Если полученные значения плотности отличаются более чем на ± 0,1 кг/м^3 (0,0001 г/см^3) от соответствующих аттестованных значений сертифицированного стандартного образца, проводят промывание, высушивание кюветы и заполнение сухим воздухом и свежей порцией дважды дистиллированной дегазированной воды.

21.7 Если повторно полученные значения плотности все еще отличаются более чем на ± 0,1 кг/м^3 (0,0001 г/см^3) от соответствующих аттестованных значений, проводят повторную калибровку прибора в соответствии с руководством по эксплуатации.

22 Выполнение измерений

22.1 Вводят около 0,7 мл испытуемой пробы нефти и нефтепродуктов в чистую и сухую трубку цифрового анализатора плотности с помощью шприца с наконечником. Для проб жидкости, склонных к потере легких фракций, пробу наливают в шприц, а не всасывают.

22.2 Включают освещение трубки и убеждаются, что трубка заполнена полностью и пузырьки воздуха и газа в анализируемой пробе отсутствуют. В противном случае проводят заполнение трубки повторно. Освещение трубки выключают, чтобы не произошло изменение температуры измерения.

22.3 Для непрозрачных проб нефти и нефтепродуктов наличие пузырьков воздуха в трубке цифрового анализатора может быть обнаружено по нестабильности значений плотности на дисплее цифрового анализатора плотности.

Если в течение нескольких минут наблюдается изменение значений плотности, превышающее 2 единицы в последней значащей цифре, то заполнение трубки повторяют.

Примечание — При измерении вязкой жидкости стабильные результаты могут быть получены и в присутствии пузырьков воздуха или газа. Осторожное введение свежей порции испытуемой пробы нефти и нефтепродуктов часто позволяет обнаружить пузырьки воздуха или газа. Т.к. наличие пузырьков воздуха или газа в испытуемой пробе жидкости уменьшает показание плотности, то наблюдаемое увеличение плотности жидкости при введении свежей порции испытуемой пробы позволяет сделать вывод о наличии пузырьков воздуха или газа при предыдущем заполнении осциллирующей трубки.

22.4 Проба может расслаиваться в измерительной трубке в процессе измерений, поэтому время нахождения пробы в измерительной трубке не должно быть продолжительным. В этом случае рекомендуется предварительное термостатирование пробы нефти и нефтепродуктов при температуре измерения.

22.5 Устанавливают заданную температуру.

22.6 После того как на дисплее цифрового анализатора плотности установились стабильные (до 4-х значащих цифр) значения плотности пробы нефти и нефтепродуктов, записывают результаты измерений в протокол.

22.7 Освобождают трубку от пробы, очищают и высушивают ее в соответствии с руководством по эксплуатации цифрового анализатора плотности.

Примечание — Очистка осциллирующей *U*-образной трубки после измерений проб тяжелой нефти затруднительна, поэтому после таких измерений рекомендуется промывка ее теплой хромовой смесью и калибровка анализатора плотности.

22.8 Операции по 22.1—22.4 повторяют, используя 2-ю часть отобранной пробы.

22.9 Плотность нефти и нефтепродуктов может быть измерена при температуре пробы в диапазоне 0 °С—70 °С и при давлении 0—100 кПа.

22.10 На дисплей цифровых анализаторов плотности выводятся следующие данные: плотность, относительная плотность, плотность в градусах API, плотность без поправки на вязкость, для пробы нефти и нефтепродуктов, имеющих вязкость менее 700 мПа · с, удельный вес, температура, °С и °F.

22.11 Показания цифровых анализаторов плотности могут быть приведены к температуре и давлению нефти и нефтепродуктов в преобразователе плотности или в преобразователе расхода при проведении учетных операций.

Примечание — При выполнении измерений на модели анализатора плотности с автоматической подачей пробы нефти и нефтепродуктов необходимо соблюдать требования, изложенные в руководстве по эксплуатации цифрового анализатора плотности.

23 Обработка результатов измерений

23.1 Результаты измерений плотности пробы считывают с дисплея цифрового анализатора плотности.

23.2 Вычисляют среднеарифметическое значение результатов измерений плотности для двух частей пробы.

23.3 За результат измерения плотности принимают значение, вычисленное согласно 23.2. Запись и округление чисел проводят до четырех значащих цифр.

24 Оформление результатов измерений

Результаты измерений плотности нефти и нефтепродуктов оформляют записью в журнале в следующем виде

$$\bar{\rho},\ кг/м^3;\quad \pm\delta,\ кг/м^3;\quad P = 0{,}95,$$

где $\bar{\rho}$ — результат измерения плотности нефти и нефтепродуктов;

δ — границы абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ измерения плотности нефти и нефтепродуктов в соответствии с 25.3.

25 Показатели точности вибрационного метода

25.1 Предел повторяемости (сходимость) *r*

Два результата определений плотности двух частей пробы испытуемой жидкости, полученные одним исполнителем с использованием одного и того же оборудования при одинаковых условиях, признают достоверными с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице 7 в соответствии с [10], [11].

Таблица 7 — Сходимость

Наименование продукта	Диапазон плотности, кг/м^3	Предел повторяемости *r*
Светлый нефтепродукт	680—970	0,1
Нефть, темный нефтепродукт	750—950	$0{,}00105 \cdot X^{1)}$
[1)] X — значение плотности, кг/м^3.		

25.2 Предел воспроизводимости *R*

Два результата измерений плотности одной пробы испытуемой жидкости, полученные разными исполнителями в разных лабораториях с использованием различного оборудования, признают достоверными с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице 8 [10], [11].

Таблица 8 — Воспроизводимость

Наименование продукта	Диапазон плотности, кг/м^3	Предел воспроизводимости *R*
Светлый нефтепродукт	680—970	0,5
Нефть, темный нефтепродукт	700—950	2,9—3,8

25.3 Пределы допускаемой абсолютной погрешности с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ результата измерений плотности светлых нефтепродуктов по настоящей рекомендации — не более 0,6 кг/м^3 в соответствии с [10].

25.4 Пределы допускаемой абсолютной погрешности результата измерений плотности нефти и темных нефтепродуктов не установлены и их определяют при аттестации методик измерений конкретных продуктов.

Приложение А
(обязательное)

Методика оценки погрешности и вычисления неопределенности измерений плотности нефти ареометром

А.1 Экспериментальное оценивание характеристик погрешности (неопределенности) измерения плотности нефти и нефтепродуктов ареометром основано на проведении серии измерений плотности нефти ареометром (10—12 измерений), выполненных в соответствии с требованиями настоящих рекомендаций, и сравнении полученных результатов измерений с соответствующими принятыми опорными значениями. В качестве опорного значения принимают результат измерения плотности эталонным средством измерения плотности (рабочие эталоны плотности с погрешностью не более 0,2 кг/м^3: пикнометрическая установка, эталонный плотномер), позволяющим проводить отбор и измерение пробы без потери легких фракций нефти.

При оценке погрешности по объединенной пробе в качестве опорного значения принимают среднее значение плотности за время отбора объединенной пробы по показаниям эталонного средства с указанием средних значений температуры и давления. Две части пробы для измерения плотности ареометром берут из автоматического пробоотборника.

А.2 При оценивании характеристик погрешности (неопределенности) исходят из предположения, что выборка полученных экспериментальных данных подчиняется нормальному распределению, а характеристики погрешности определяют с 95 %-ной доверительной вероятностью. Результаты измерения плотности исследуют на однородность, т.е. на отсутствие промахов (грубых погрешностей). Обнаруженные промахи исключают.

По результатам экспериментальных исследований определяют следующие составляющие погрешности (неопределенности) измерений плотности нефти ареометром:

- исключаемую систематическую погрешность, обусловленную испарением легких фракций при отборе и анализе пробы;
- доверительные границы погрешности измерений согласно ГОСТ 8.207, ГОСТ Р ИСО 5725-6 (расширенную неопределенность измерений согласно межгосударственным рекомендациям [12]).

А.3 Проведение экспериментальных исследований по оценке погрешности (неопределенности)

А.3.1 Измерение плотности при проведении экспериментальных исследований по оценке погрешности (неопределенности) включает в себя следующие этапы:

- одновременный отбор точечных проб на одном пробоотборном узле БИК для измерения плотности ареометром и эталонным средством, отбор проб проводится в соответствии с требованиями ГОСТ 2517. Во время отбора пробы не должно быть технологических переключений и изменений режима перекачки, влияющих на показатели качества нефти в точке отбора;
- измерение плотности эталонным средством [выполняют представители государственных научных метрологических центров (ГНМЦ) или организаций, аккредитованных на право проведения аттестации методик измерений (МВИ)] и проведение двух параллельных определений плотности ареометром [выполняют штатные операторы (лаборанты)];
- вычисление результата измерений плотности ареометром: приведение наблюдаемых значений двух параллельных определений плотности ареометром к условиям измерения плотности эталонным средством по формуле (А.1) или по документу [1], вычисление результата измерений как среднеарифметического двух приведенных значений. Если разность между приведенными значениями двух параллельных определений плотности ареометром превышает 0,6 кг/м^3, то измерение аннулируется.

А.3.2 Обработка результатов измерений экспериментальных исследований по оценке погрешности (неопределенности) включает в себя следующие этапы:

- рассчитывают разности результатов измерений плотности нефти ареометром и аттестованным методом Δ_i по формуле

$$\Delta_i = \rho_i - \rho_{oi}, \qquad (А.1)$$

где ρ_i — результат i-го измерения плотности ареометром, кг/м^3;

ρ_{oi} — i-ое опорное значение, кг/м^3;

- вычисляют среднеарифметическое значение разностей Δ_i по формуле

$$\bar{\Delta} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\Delta_i, \qquad (А.2)$$

где n — число результатов измерений;

- вычисляют среднеквадратическое отклонение S по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(\Delta_i - \bar{\Delta})^2}{n-1}}; \quad (A.3)$$

- исследуют ряд значений Δ_i на наличие промахов по критерию Граббса. Тестирование начинают со значения, наиболее отличающегося от среднего значения ряда.

Вычисляют статистику Граббса U_i по формуле

$$U_i = \left| \frac{\Delta_i - \bar{\Delta}}{S} \right|. \quad (A.4)$$

Сравнивают полученное значения U_i с критическим значением h из таблицы А.1

Т а б л и ц а А.1 — Критические значения для критерия Граббса (ГОСТ Р ИСО 5725-2)

n	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
h	1,715	1,887	2,020	2,126	2,215	2,290	2,355	2,412	2,462	2,507	2,549	2,585	2,620	2,651	2,681	2,709

Если $U > h$, то результат исключают из выборки как промах. После исключения промаха рассчитывают значения $\bar{\Delta}$ и S оставшегося ряда значений Δ_i и тестируют следующее подозрительное значение. Процедуру повторяют до исключения всех выбросов. Каждый раз, после исключения очередного промаха рассчитывают новые значения $\bar{\Delta}$ и S для оставшегося ряда значений Δ_i;

- определяют систематическую погрешность по формуле $\Delta_c = \bar{\Delta}$, где $\bar{\Delta}$ рассчитано по формуле (А.2) для оставшегося ряда значений Δ_i после исключения всех промахов;

- оценивают значимость систематической погрешности: если $|\Delta_c| \le \frac{tS}{\sqrt{n}}$, то систематическая погрешность незначительна и ее принимают равной нулю,

где t — коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности $P = 0,95$, S рассчитано по формуле (А.3) для оставшегося ряда значений Δ_i после исключения всех промахов.

- рассчитывают сумму неисключенных систематических погрешностей Σ_Θ по формуле

$$\Sigma_\Theta = \sqrt{\Delta_o^2 + \Delta_{AP}^2 + (\bar{\rho}\beta\Delta_t)^2}, \quad (A.5)$$

где $\bar{\rho}$ — среднеарифметическое результатов измерений плотности ареометром, приведенных к условиям измерений плотности нефти аттестованным методом, кг/м^3;

Δ_o, Δ_{AP}, Δ_t — погрешности эталонного средства, ареометра, термометра;

β — коэффициент объемного расширения жидкости, 1/град;

- рассчитывают доверительные границы погрешности измерений Δ, кг/м^3, по формуле

$$\Delta = \frac{tS + 1{,}1\Sigma_\Theta}{S + \frac{\Sigma_\Theta}{\sqrt{3}}} \sqrt{\frac{\Sigma_\Theta^2}{3} + S^2} \approx 2\sqrt{\frac{\Sigma_\Theta^2}{3} + S^2}, \quad (A.6)$$

где S рассчитано по формуле (А.3) для оставшегося ряда значений Δ_i после исключения всех промахов. Запись и округление значения доверительных границ погрешности проводят до первого знака после запятой;

- оценивают стандартные неопределенности по типу А (u_A) и по типу В (u_B) по формулам, соответственно:

$$u_A = S; \quad (A.7)$$

$$u_B = \frac{\Sigma_\Theta}{\sqrt{3}}; \quad (A.8)$$

- оценивают расширенную неопределенность u_c, кг/м^3, по формуле

$$U_c = 2\sqrt{u_A^2 + u_B^2}. \quad (A.9)$$

Значение доверительных границ погрешности результата измерений или расширенной неопределенности результата измерений плотности нефти и нефтепродуктов не должно превышать нормированного в разделе 12 настоящих рекомендаций.

А.4 Оформление результатов оценки погрешности

А.4.1 Результаты исследований по оценке погрешности МВИ оформляют в виде технического отчета или протокола, который подписывают лица, участвовавшие в исследованиях. Кроме того, технический отчет подписывает руководитель организации, проводившей исследования.

А.4.2 ГНМЦ, участвовавший в исследованиях, рассматривает технический отчет (протокол), утверждает его и выдает свидетельство о метрологической аттестации согласно ГОСТ Р 8.563.

А.5 Пример расчета погрешности и неопределенности измерений плотности нефти и нефтепродуктов ареометром

Результаты измерений плотности нефти и нефтепродуктов ареометром в лаборатории и комплектом напорных пикнометров на трубопроводе представлены в таблице А.2.

Таблица А.2

Номер измерения	Давление P, Мпа	Температура t, °С	Плотность, измеренная пикнометром $\rho_{АМ}$, кг/м^3	Плотность, измеренная ареометром в лаборатории	
				Плотность приведенная ρ, кг/м^3	Разность, кг/м^3
1	0,38	30,0	848,73	849,69	0,96
2	0,38	32,9	847,20	848,02	0,82
3	0,38	32,1	848,22	849,28	1,06
4	0,38	32,9	847,40	848,34	0,94
5	0,34	33,3	847,16	848,24	1,08
6	0,38	30,0	848,73	849,68	0,95
7	0,38	32,9	847,20	848,22	1,02
8	0,38	32,1	848,22	849,17	0,95
9	0,38	32,9	847,40	848,42	1,02
10	0,34	33,3	847,20	848,37	1,17
11	0,38	30,0	848,73	849,72	0,99
12	0,38	32,9	847,40	848,36	0,96
13	0,34	33,3	847,16	848,30	1,14
14	0,38	32,9	847,40	848,41	1,01
15	0,34	33,3	847,20	848,07	0,87

- вычисляют среднеарифметическое значение $\bar{\Delta}$ разностей Δ_i по формуле (А.2)

$$\bar{\Delta} = 1{,}00 \text{ кг/м}^3;$$

- вычисляют среднеквадратическое отклонение S по формуле (А.3)

$$S = 0{,}10 \text{ кг/м}^3;$$

- исследуют ряд значений Δ_i на наличие промахов по критерию Граббса. Тестирование начинают со значения, наиболее отличающегося от среднего значения ряда, т.е. со значения $\Delta_{10} = 1{,}17$ кг/м^3.

Вычисляют статистику Граббса U по формуле (А.4)

$$U_{10} = 1{,}7.$$

Сравнивают полученное значение U_{10} с критическим значением h из таблицы А.1; для $n = 15$ критическое значение $h = 2{,}549$ больше, чем U_{10}, следовательно, промахов нет;

- определяют систематическую погрешность по формуле $\Delta_c = \bar{\Delta}$, где $\bar{\Delta}$ рассчитано по формуле (А.2) для оставшегося ряда значений Δ_i после исключения всех промахов. Так как промахи выявлены не были, то $\Delta_c = 1{,}00$ кг/м^3;

- оценивают значимость систематической погрешности:

т.к. $|\Delta_c| > \frac{tS}{\sqrt{n}} = \frac{2{,}14 \cdot 0{,}10}{\sqrt{15}} = 0{,}06$ кг/м^3, то систематическая погрешность является значимой и принимается равной 1,00 кг/м^3;

- рассчитывают сумму неисключенных систематических погрешностей Σ_Θ по формуле (А.5):

$$\Sigma_\Theta = \sqrt{0{,}2^2 + 0{,}5^2 + (848{,}7 \cdot 0{,}0008 \cdot 0{,}2)^2} = 0{,}56 \text{ кг/м}^3;$$

- рассчитывают доверительные границы погрешности измерений Δ (кг/м^3) по формуле (А.6)

$$\Delta = \frac{2{,}14 \cdot 0{,}10 + 1{,}1 \cdot 0{,}56}{0{,}10 + \frac{0{,}56}{\sqrt{3}}} \sqrt{\frac{0{,}56^2}{3} + 0{,}10^2} = 1{,}96 \cdot 0{,}34 = 0{,}67 \text{ кг/м}^3,$$

вычисленное значение округляют до первого знака после запятой, т.е. доверительные границы погрешности измерений равны 0,7 кг/м^3;

- оценивают стандартные неопределенности по типу А (u_A) и по типу В (u_B) по формулам (А.7) и (А.8), соответственно:

$$u_A = 0{,}10 \text{ кг/м}^3;$$

$$u_B = \frac{0{,}56}{\sqrt{3}} = 0{,}32 \text{ кг/м}^3;$$

- оценивают расширенную неопределенность u_c (кг/м^3) по формуле (А.9)

$$u_c = 2\sqrt{0{,}1^2 + 0{,}32^2} = 2 \cdot 0{,}34 = 0{,}68 \text{ кг/м}^3,$$

вычисленное значение округляют до первого знака после запятой, т.е. расширенная неопределенность измерений равна 0,7 кг/м^3.

Значение доверительных границ погрешности результата измерений или расширенной неопределенности результата измерений плотности нефти не превышает значения, нормированного в 12.4 настоящих рекомендаций.

Приложение Б
(справочное)

Поправки на взвешивание в воздухе

При расчете поправок использованы значения: плотности воздуха 1,222 кг/м^3, температуры 15,56 °С и избыточное давление, равное нулю.

$\frac{m_1 - m_0}{m_c - m_0}$	Поправка С, кг/м^3	$\frac{m_1 - m_0}{m_c - m_0}$	Поправка С, кг/м^3
0,60	0,48	0,80	0,24
0,61	0,47	0,81	0,23
0,62	0,46	0,81	0,22
0,63	0,44	0,83	0,20
0,64	0,43	0,84	0,19
0,65	0,42	0,85	0,18
0,66	0,41	0,86	0,17
0,67	0,40	0,87	0,16
0,68	0,38	0,88	0,14
0,69	0,37	0,89	0,13
0,70	0,36	0,90	0,12
0,71	0,35	0,91	0,11
0,72	0,34	0,92	0,10
0,73	0,32	0,93	0,08
0,74	0,31	0,94	0,07
0,75	0,30	0,95	0,06
0,76	0,29	0,96	0,05
0,77	0,28	0,97	0,04
0,78	0,26	0,98	0,02
0,79	0,25	0,99	0,01

Примечание — Поправки приложения Б могут быть применены для значения плотности воздуха в диапазоне от 1,1 до 1,3 кг/м^3.

Библиография

[1]	Руководство ASTM D1250—2008	Стандартное руководство по применению таблиц измерения параметров нефти и нефтепродуктов
[2]	Р 50.2.076—2010	Государственная система обеспечения единства измерений. Плотность нефти и нефтепродуктов. Методы расчета. Программа и таблицы приведения
[3]	ТУ 4321-018-07609129—2004	Ареометр для нефти АНТ-2/15С/750-830
[4]	ASTM E100-10	Стандартные технические условия для ASTM. Ареометры
[5]	BS 718:1991	Ареометры. Технические условия
[6]	ТУ 25-2021.003—88	Термометры ртутные стеклянные лабораторные
[7]	ТУ 38.401-67-108—92	Бензин-растворитель БР-2 «Галоша»
[8]	ГСССД МР 147—2008	Расчет теплофизических свойств газов и жидкостей
[9]	ASTM D 4377—2008	Стандартный метод испытания для воды в сырой нефти методом потенциометрического титрования Карла Фишера
[10]	ASTM D 4052—2006	Стандартный метод определения плотности и относительной плотности жидкости цифровым плотномером
[11]	ASTM D 5002—2008	Стандартный метод определения плотности и относительной плотности сырой нефти цифровым анализатором плотности
[12]	Межгосударственная рекомендация РМГ 43—2001	Государственная система обеспечения единства измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений»

УДК 665.51:531.556:006.354	ОКС 17.020 75.080	Т86.5	ОКСТУ 0008

Ключевые слова: нефть, нефтепродукты, плотность, коэффициент объемного расширения, коэффициент сжимаемости, метод расчета, программа приведения

Р е к о м е н д а ц и и п о м е т р о л о г и и

Государственная система обеспечения единства измерений

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ.

Лабораторные методы измерения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API

Р 50.2.075—2010

Редактор *М.В. Глушкова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 18.04.2011. Подписано в печать 01.06.2011. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,60. Тираж 186 экз. Зак. 439. Изд. № 3997/4.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru