



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

НЕФТЬ

**Метод определения упругости паров VPCR_x
Метод расширения**

СТ РК 1692 - 2007

Издание официальное

**Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ТОО «Сюрвейный центр».

2 ВНЕСЕН АО «КазТрансОйл».

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 14 декабря 2007 года №684-ОД.

4 Настоящий стандарт гармонизирован со стандартом Американского общества по испытанию материалов ASTM D 6377-03 «Стандартный метод определения упругости паров сырой нефти: VPCR_x (метод расширения)» («Standard test method for determination of vapor pressure of crude oil: VPCR_x (expansion method)») в части требований к оборудованию.

5 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Республики Казахстан «О нефти» от 28 июня 1995 года №2350.

**6 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2012 год
5 лет

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	1
4	Краткое изложение метода испытания	2
5	Сущность и использование	2
6	Оборудование	3
7	Реактивы и материалы	4
8	Отбор проб и введение образца	4
9	Подготовка оборудования	5
10	Калибровка	6
11	Проверки контроля качества	6
12	Процедура	7
13	Отчет	8
14	Повторяемость, воспроизводимость и систематическая ошибка	8
15	Требования безопасности	9
	Приложение А (справочное). Зависимость упругости паров сырой нефти от температуры	14
	Приложение Б (обязательное). Метод калибровки электронного вакуумного измерительного устройства	15
	Приложение (справочное). Библиография	18

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

НЕФТЬ**Метод определения упругости паров VPCR_x Метод расширения**

Дата введения 2009.01.01.

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает единый метод определения упругости паров нефти методом расширения с использованием автоматических измерителей упругости паров при качественном анализе и учете нефти и нефтепродуктов при транспортировании и хранении для нефтяной и нефтеперерабатывающей промышленности, и применяется для определения физико-химических свойств, которые должны соответствовать коммерческим и нормативным техническим требованиям при хранении и транспортировании нефти.

1.2 Настоящий стандарт применяется для определения упругости паров сырой нефти при температурах от 5 °С до 80 °С, имеющих отношение паровой и жидкой фаз от 4:1 до 0,02:1 и давление от 7 до 500 кПа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
СТ РК 1347-2005 Нефть. Общие технические условия (ГОСТ Р 51858-2002, MOD).
СТ РК 1530-2006 Нефть. Метод определения температуры потери текучести.
СТ РК ИСО 3170-2006 Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб.
СТ РК ИСО 8943-2004 Жидкости углеводородные легкие охлажденные. Отбор проб сжиженного природного газа. Непрерывный метод.
ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.
ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
ГОСТ 19433-88 Грузы опасные. Классификация и маркировка.
ГОСТ 30852.5-2002. Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 4. Метод определения температуры самовоспламенения.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **Негазированная сырая нефть:** Сырая нефть, которая, будучи подвержена нормальному атмосферному давлению при комнатной температуре, не приведет к кипению образца.

Примечание – Как правило, отбор проб и манипуляции с негазированной сырой нефтью могут без проблем осуществляться с использованием обычных сосудов для хранения образцов, таких как пробоотборные сосуды и так далее. Использование цилиндров под давлением для отбора проб (или проб для составления представительного образца) и хранения образцов является необходимым и обязательным требованием данного метода для газированной сырой нефти и строго рекомендуется при испытании негазированной сырой нефти для предотвращения потери летучих фракций и поддержания точности измерений.

3.2 Газированная сырая нефть: Сырая нефть, содержащаяся в системах, находящихся под давлением, которая, будучи доведена до нормального атмосферного давления при комнатной температуре, приведет к кипению образца.

Примечание - Отбор образцов и манипуляции с образцами газированной сырой нефти потребует использование цилиндров под давлением и сделает невозможным использованием обычных сосудов для хранения образцов, таких как пробоотборные сосуды и так далее.

3.3 Отношение паровой и жидкой фаз (П/Ж): Отношение объема пара к объему жидкого образца.

Примечание - Общий объем измерительной камеры представляет собой сумму объема пара и объема жидкого образца.

3.4 Упругость паров сырой нефти (VPCR_x – Vapor Pressure of Crude oil at Ratio x): Давление, развиваемое в вакуумной камере при П/Ж, равном x:1, очищенной или неочищенной сырой нефтью, которая может содержать газ, воздух или воду или их комбинацию, где x может варьироваться от 0,02 до 4.

4 Краткое изложение метода испытания

4.1 При использовании измерительной камеры со встроенным поршнем, образец известного объема подается из пробоотборной системы под давлением (цилиндра со свободно ходящим поршнем) в камеру с контролируемой температурой, температура в которой составляет 20 °С или выше. После герметизации камеры, объем увеличивается за счет перемещения поршня до тех пор, пока получившийся объем не будет обеспечивать желаемое значение П/Ж. Затем температура измерительной камеры доводится до температуры измерения.

4.2 После достижения равновесия температуры и давления, измеренное давление записывается как VPCR_x образца. Образец для испытания должен перемешиваться во время процедуры измерения посредством встряхивания измерительной камеры для достижения равновесного давления за приемлемый отрезок времени – от 5 до 30 мин.

5 Сущность и использование

5.1 Упругость паров сырой нефти при различных П/Ж является физическим свойством, важным для транспортирования и хранения.

5.2 Упругость паров сырой нефти важно для производителей сырой нефти и нефтеперерабатывающих заводов для определения общих параметров обращения с ней и параметров первичной переработки нефти.

Примечание – П/Ж, равное 0,02:1, с большой точностью симулирует ситуацию внутри нефтяного танкера.

5.3 Для предотвращения потери высоколетучих соединений, образец всегда должен находиться под давлением, которое превышает упругость паров на 100 кПа или больше.

5.5 Замораживание образца и его насыщение воздухом перед измерением упругости паров не требуются.

5.6 Настоящий метод испытания позволяет определять V_{PCR_x} образцов, имеющих температуру потери текучести выше $0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6 Оборудование

6.1 Прибор для настоящего метода испытания должен состоять из цилиндрической измерительной камеры небольшого объема с сопутствующим оборудованием для поддержания температуры камеры в пределах от $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Измерительная камера должна иметь подвижный поршень с минимальным мертвым объемом, составляющим менее 1 % от общего объема в нижней точке, чтобы можно было вводить образец в измерительную камеру и расширять его до желаемого значения П/Ж. Датчик статического давления должен быть встроен в поршень. Измерительная камера должна иметь комбинацию впускного/выпускного клапанов для введения и удаления образца. Поршень и клапаны должны находиться при той же температуре, что и измерительная камера, во избежание образования конденсации или избыточного испарения.

6.1.1 Измерительная камера должна быть спроектирована так, чтобы иметь общий объем от 5 до 15 мл, и должна быть способной поддерживать значение П/Ж в диапазоне от 4:1 до 0,02:1. Точность скорректированного значения П/Ж должна быть в пределах 0,01.

Примечание – Измерительные камеры измерительных приборов, использовавшихся для формулирования требований к точности и систематической ошибке, были изготовлены из никелированного алюминия и нержавеющей стали, и имели общий объем 5 мл. Допускается использовать измерительные камеры с объемом, превышающим 5 мл, и измерительные камеры иных конструкций, но для них неизвестны требования к точности и систематическим ошибкам (см. Раздел 14).

6.1.2 Датчик давления должен иметь минимальный рабочий диапазон от 0 до 500 кПа с минимальным разрешением 0,1 кПа и минимальной точностью $\pm 0,5$ кПа. Система измерения давления должна включать в себя сопутствующую электронику и устройства считывания данных для отображения снятых показаний давления.

6.1.3 Необходимо использовать электронный температурный контроль для поддержания измерительной камеры при предписанной температуре в пределах $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ на протяжении всего испытания.

6.1.4 Платиновый резистивный термометр должен использоваться для измерения температуры измерительной камеры. Минимальный температурный диапазон измерительного устройства должен составлять от $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ с разрешением $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ и точностью $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.1.5 Оборудование для определения упругости паров должно предусматривать промывку измерительной камеры следующим образцом, подлежащим испытанию, или растворителем с низкой упругостью паров.

6.1.6 Оборудование для определения упругости паров должно предусматривать встряхивание образца на протяжении всей измерительной процедуры с минимальной частотой 1,5 цикла в секунду.

6.2 Для проведения данного метода испытания должен использоваться вакуумный насос для калибровки, способный уменьшать давление в измерительной камере до менее, чем 0,01 кПа абсолютного давления.

6.3 Необходимо также использовать вакуумный манометр Мак-Леода или калиброванное электронное вакуумное измерительное устройство для калибровки,

которое должно охватывать диапазон с нижней границей равной или меньшей 0,01 кПа и верхней границей равной или меньшей 0,67 кПа. Калибровка электронного вакуумного измерительного устройства должна регулярно проверяться в соответствии с Приложением Б.

6.4 Необходимо использовать устройство измерения давления для калибровки, способное измерять давление на локальной наблюдательной станции с точностью и разрешением 0,1 кПа или лучшим, на той же высоте над уровнем моря, что и оборудование, используемое в лаборатории.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов – Для проверок, проводимых в рамках контроля качества (см. Раздел 11), используются химические вещества со степенью очистки 99 % и выше. Химические вещества с другой степенью очистки также допускается использовать при условии, что предварительно должно быть установлено, что данное вещество обладает достаточно высокой чистотой, чтобы допускать его использование без ущерба точности определения искомым параметров.

Примечание – Химические вещества, описываемые в данном разделе, предназначены для процедур чистки и контроля качества (см. Раздел 11) и не используются для калибровки измерительных приборов.

7.2 Чистящие растворители – Используются растворители, способные очищать измерительную камеру, клапаны и впускные и выпускные трубки. Два широко используемых растворителя – это толуол и ацетон.

8 Отбор проб и введение образца

8.1 Общие требования:

8.1.1 Исключительная чувствительность измерений упругости паров к потерям через испарение и возникающие в результате этого изменения в химическом составе требуют принятия исключительных мер предосторожности и соблюдения осторожности при отборе проб и манипуляции с образцами. Отбор проб газированной нефти должен проводиться в соответствии с СТ РК ИСО 8943. Отбор проб в соответствии с СТ РК ИСО 3170 должен использоваться только для негазированной нефти и если применение СТ РК ИСО 8943 окажется непрактичным.

8.1.2 Цилиндр со свободно ходящим поршнем с минимальным объемом образца 200 мл должен использоваться, если общий объем образца для испытания, требуемого для определения упругости паров, включая процедуру промывания, не превышает 20 мл. Допускается использовать цилиндры со свободно ходящим поршнем с большим объемом. Минимальное противодействие поршня должно быть выше упругости паров образца при температуре введения измерительной камеры не менее чем на 100 кПа для перемещения поршня. Максимальное противодействие не должно превышать максимальное измеряемое давление, установленное для используемого датчика давления. Сжатый воздух или любой другой сжатый газ допускается использовать как средство для создания противодействия. Цилиндр со свободно ходящим поршнем должен предусматривать механическое перемешивание образца и второй клапан на входе для промывания.

Примечание – Настоящее требование к точности было получено с использованием образцов в цилиндрах объемом 250 мл со свободно ходящим поршнем.

8.1.3 Не допускается без необходимости подвергать образцы температурам, превышающим 30 °С, во время отбора и хранения образцов. Для продолжительного

хранения необходимо хранить образцы в комнате, обеспечивающей соблюдение указанного температурного режима, или холодильнике.

8.1.4 Измерение упругости паров проводится на первом образце для испытания, отобранном из цилиндра после процедуры промывки, описанной в 9.3. Не допускается использование образца, оставшегося в цилиндре со свободно ходящим поршнем, для более, чем трех повторных определений упругости паров.

8.1.5 При проведении проверок контроля качества с использованием чистых химических соединений (см. 11.1) допускается использовать контейнеры образцов меньшего объема, не находящиеся под давлением.

8.2 Процедуры отбора проб:

8.2.1 Если проба отбирается из источника, находящегося под давлением, например, из трубопровода, необходимо использовать цилиндр со свободно ходящим поршнем и отбирать пробу непосредственно из источника, находящегося под давлением. Следует промыть цилиндр, открыв промывочный клапан, до тех пор, пока сырая нефть не появится на втором впускном клапане. Необходимо закрыть промывочный клапан и позволить поршню медленно двигаться до тех пор, пока не менее 200 мл образца не поступят в цилиндр. Закрыть впускной клапан и сразу же создать противодавление. Необходимо убедиться, что цилиндр наполнен до не менее 200 мл.

8.2.2 Если проба отбирается из источника, не находящегося под давлением, например, из резервуара хранения, нефтяного танкера, бочки или другого небольшого сосуда, пробу необходимо отбирать в соответствии с СТ РК ИСО 3170 и образец заливать в открытый цилиндр со свободно ходящим поршнем при давлении окружающей среды. Следует закрыть цилиндр со свободно ходящим поршнем и немедленно создать противодавление после заполнения цилиндра образцом. Перевернуть цилиндр в вертикальное положение так, чтобы выпускной клапан оказался сверху, открыть впускной клапан цилиндра и держать его открытым до тех пор, пока сырая нефть не появится на впускном клапане, чтобы высвободить захваченный воздух. Закрыть клапан и убедиться, что цилиндр наполнен до не менее 200 мл.

8.3 Перенос образца – Перенести образец из цилиндра в измерительную ячейку при комнатной температуре, но при этом температура должна быть не менее, чем на 5 °C выше температуры потери текучести образца, определенной в соответствии с СТ РК 1530. Для перемещения поршня создать противодавление, которое должно быть больше упругости паров образца при температуре введения на 100 кПа или больше. Используемое противодавление не должно превышать максимальное ограничение датчика давления, используемого в оборудовании для определения упругости паров.

9 Подготовка оборудования

9.1 Измерительный прибор необходимо подготовить к работе в соответствии с инструкциями производителя.

9.2 Если необходимо, промыть измерительную камеру с помощью растворителя. Толуол имеет низкую упругость паров, и допускается использовать его для этих целей. Промывка производится закачиванием растворителя в камеру с помощью поршня и выталкиванием растворителя в контейнер для отходов.

9.3 Чтобы избежать загрязнения образца для испытания предыдущим образцом или растворителем, измерительную камеру необходимо промывать минимум три раза с помощью образца, подлежащего испытанию. Следует наполнять измерительную камеру образцом до не менее половины общего объема камеры при каждом промывании.

Эта процедура промывки должна всегда проводиться непосредственно перед процедурой измерения (см. 12.4).

10 Калибровка

10.1 Датчик давления:

10.1.1 Калибровка датчика должна проверяться ежемесячно или когда требуется по результатам проверки контроля качества (см. Раздел 11). Калибровка датчика проводится с использованием двух контрольных давлений: нулевого давления (меньше 0,1 кПа) и барометрического давления окружающей среды.

10.1.2 Подсоединить манометр Мак-Леода или калиброванное электронное вакуумное измерительное устройство к источнику вакуума, подключенному к измерительной камере. Создать вакуум в измерительной камере. Когда вакуумное измерительное устройство регистрирует давление меньше, чем 0,1 кПа, настроить регулятор датчика на ноль или на фактическое показание вакуумного измерительного устройства в зависимости от конструкции измерительного прибора или инструкций производителя.

Примечание – Калибровка электронных вакуумных измерительных устройств и техническое обслуживание манометров Мак-Леода осуществляются в соответствии с Приложением Б.

10.1.3 Открыть измерительную камеру, чтобы в ней установилось атмосферное давление, и отметить соответствующее показание давления на датчике давления. Убедиться, что оборудование настроено на показание абсолютного давления, а не рассчитанного или скорректированного давления. Сравнить это значение давления с давлением, полученным с помощью устройства для измерения давления (см. 6.4), являющимся контрольным давлением. Во время сравнений показаний давления, такое устройство для измерения давления должно измерять давление на локальной наблюдательной станции, находящейся на той же высоте над уровнем моря, что и оборудование, используемое в лаборатории. Когда измерительный прибор используется по всему диапазону измеряемого давления, необходимо проводить калибровку с учетом предварительной корректировки.

Примечание – **Внимание:** многие anerоидные барометры, такие как барометры, используемые на метеорологических станциях и в аэропортах, подвергаются предварительной корректировке, чтобы выдать показания, увязанные с уровнем моря; такие барометры не должны использоваться для калибровки лабораторного оборудования.

10.1.4 Повторять шаги, указанные в 10.1.2 и 10.1.3, до тех пор, пока показание калибруемого датчика не будет совпадать с нулевым давлением и барометрическим давлением.

10.2 Температурный датчик – Калибровку платинового резистивного термометра, используемого для мониторинга температуры измерительной камеры, необходимо проверять не реже одного раза в шесть месяцев с помощью термометра, восходящего к уполномоченному органу по метрологии и стандартизации.

11 Проверка контроля качества

11.1 Верификационная текучая среда известной летучести должна использоваться для независимой проверки калибровки измерительного прибора каждый день, когда используется измерительный прибор. При использовании чистых химических соединений, образцы для многократных испытаний допускается забирать из одного и того же контейнера. Давление в верификационной текучей среде допускается не

создавать при условии, что чистое химическое соединение предварительно делают воздухом насыщенным при температуре от 0 °С до 1 °С (см. 11.3). Необходимо следовать инструкциям производителя по введению образцов верификационной текучей среды. Температура верификационной текучей среды должна находиться в пределах от 0 °С до 3 °С при введении образца, процедура измерения должна соответствовать Разделу 12 с П/Ж равным 4:1, а измерительная температура должна составлять 37,8 °С. Если наблюдаемая упругость паров VPCR₄ (37,8 °С) отличается от контрольного значения на более, чем 1,0 кПа, необходимо проверить калибровку измерительного прибора (см. Раздел 10).

11.2 Некоторые возможные материалы и их соответствующие упругости воздухом насыщенного пара при температуре 37,8 °С и П/Ж, равном 4:1, (VPCR₄) перечислены ниже:

- 2,2-диметилбутан - VPCR₄ (37,8 °С) = 73,4 кПа;
- 2,3-диметилбутан - VPCR₄ (37,8 °С) = 57,4 кПа;
- пентан - VPCR₄ (37,8 °С) = 112,1 кПа;
- метанол - VPCR₄ (37,8 °С) = 38,9 кПа;
- толуол - VPCR₄ (37,8 °С) = 12,9 кПа.

Примечания:

1 Рекомендуется, чтобы не менее одного типа верификационной текучей среды, используемой в 11.1, имело упругость паров, представляющую упругость паров сырой нефти, регулярно испытываемой на данном оборудовании. Процесс определения упругости паров (включая действия оператора) следует периодически проверять посредством проведения данного метода испытания на заранее приготовленных образцах из одной партии продукта в соответствии с процедурой, описанной в 8.1.2. Образцы должны храниться в условиях, обеспечивающих долговременное хранение без деградации. Анализ результата (результатов), полученных на образцах, используемых для контроля качества, рекомендуется проводиться с использованием метода контрольной карты.

2 **Внимание:** Использование однокомпонентных верификационных материалов, таких как указанные в 11.2, позволяет только продемонстрировать калибровку оборудования. Оно не позволяет проверить точность всего метода испытания, включая манипуляции с образцами, потому что потери из-за испарения не будут уменьшать упругость паров образца, как это случается в случае с потерей летучих фракций многокомпонентных смесей.

11.3 Насыщение образца воздухом в контейнере осуществляется следующим образом: при температуре образца от 0 °С до 1 °С необходимо достать контейнер из охлаждающей ванны или холодильной камеры, насухо протереть его абсорбирующим материалом, снять (открыть) крышку контейнера и держать его открытым в течение 1 мин так, чтобы внутрь контейнера не попала вода, затем снова установить (закрыть) крышку контейнера и энергично встряхнуть его. Затем снова поместить контейнер в охлаждающую ванну или холодильную камеру на не менее чем 2 мин. Повторить описанную процедуру еще два раза.

12 Процедура

12.1 Установить температуру введения образца измерительной камеры на температуру в пределах от 20 °С до 37,8 °С. Для образцов сырой нефти с температурой потери текучести выше 15 °С, установить температуру введения на температуру, которая не менее, чем на 5 °С выше температуры потери текучести образца.

12.2 Установить значение П/Ж на желаемую величину $x:1$.

12.3 Энергично размешать образец в цилиндре со свободно ходящим поршнем под давлением с помощью механического встряхивателя и подсоединить выпускное отверстие цилиндра к впускному отверстию измерительного оборудования.

12.4 Следовать инструкциям производителя для введения образцов для испытаний в измерительную камеру. Объем образца должен быть таким, чтобы после расширения до конечного объема достигалось запрограммированное значение П/Ж.

12.5 После закрытия впускного клапана, увеличить объем измерительной камеры до конечного объема.

12.6 Включить вибронный стенд и оставить его включенным на протяжении всей измерительной процедуры.

12.7 Настроить температурный контроль на измерительную температуру. Измерительная температура должна быть не менее, чем на 10 °С больше, чем температура потери текучести образца.

12.8 Дождаться достижения температурного равновесия между измерительной камерой и образцом и наблюдать полную упругость паров каждые (30 ± 5) с. Когда три последовательных показания будут согласовываться в пределах 0,3 кПа, записать эту упругость паров как $VPCR_x(T_m)$.

13 Отчет

13.1 Результаты следует записывать с точностью до 0,1 кПа и указывать испытательную температуру и значение П/Ж:

$$VPCR_x(T_m) = \#\#\# \quad (1)$$

где $VPCR_x(T_m)$ – упругость паров при измерительной температуре T_m и отношении П/Ж, описываемом индексом x , кПа;

x – индекс, указывающий на величину паровой фазы в П/Ж, при величине жидкой фазы, принимаемой за единицу;

T_m - измерительная температура, °С.

14 Повторяемость, воспроизводимость и систематическая ошибка

14.1 Повторяемость: расхождение между результатами последовательных испытаний, полученными одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования при постоянных условиях эксплуатации на идентичном испытательном материале на протяжении длительного времени работы при условии нормального и корректного использования данного испытательного метода, должно превышать значения, рассчитанные с помощью следующих формул, только в одном случае из двадцати:

$$\text{повторяемость при П/Ж, равном 4:1, при } 37,8 \text{ °С} = 0,015 VPCR_4(37,8 \text{ °С}) \quad (2)$$

$$\text{повторяемость при П/Ж, равном 0,1:1, при } 37,8 \text{ °С} = 0,055 VPCR_{0,1}(37,8 \text{ °С}) \quad (3)$$

$$\text{повторяемость при П/Ж, равном 0,02:1, при } 37,8 \text{ °С} = 0,065 VPCR_{0,02}(37,8 \text{ °С}) \quad (4)$$

14.2 Воспроизводимость: воспроизводимость данного метода испытаний не определена на момент разработки настоящего стандарта.

Примечание – Данные по повторяемости и воспроизводимости являются временными.

14.3 Систематическая ошибка: так как не существует признанного контрольного материала, пригодного для определения систематической ошибки процедур, описанных в данном методе испытаний, систематическая ошибка не может быть определена.

15 Требования безопасности

15.1 Общие требования

15.1.1 Нефть, реактивы и растворители, используемые в методе, описанном в настоящем стандарте, являются огнеопасными, а их пары и паровоздушные смеси могут при определенных условиях взрываться. Общие требования пожарной безопасности при работе с нефтью, реактивами и растворителями – по ГОСТ 12.1.004.

15.1.2 При работе с нефтью, реактивами, электрооборудованием, оборудованием, работающим под давлением и при повышенных температурах, необходимо соблюдать правила техники безопасности и охраны труда в зависимости от вида работы.

15.1.3 Порядок обучения лиц, занятых при работе с нефтью, реактивами, электрооборудованием, оборудованием, работающим под давлением и при повышенных температурах, безопасным методам работы и организация и проведение проверки знаний персонала по вопросам безопасности и охраны труда должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.0.004.

15.1.4 Лица, работающие с нефтью и реактивами, должны быть обеспечены санитарно-бытовыми помещениями в соответствии с [1] и проходить медицинские осмотры в соответствии с [2].

15.1.5 Лица, проводящие испытание нефти в соответствии с настоящим стандартом, должны быть обеспечены и использовать в работе средства индивидуальной защиты:

- специальной одеждой;
- защитными перчатками;
- средствами защиты органов дыхания (противогазами);
- защитными очками-масками (полумасками с защитными очками);
- средствами для защиты от поражения электрическим током;
- средствами для защиты от воздействия повышенных температур.

15.1.6 Лаборатории, в которых проводятся работы с взрывоопасными и токсичными веществами, должны оборудоваться системами безопасности в соответствии с [3] и [4]. Требования к содержанию и условиям работы в лабораториях и меры первой медицинской помощи при чрезвычайных ситуациях в лабораториях – в соответствии с [3].

15.2 Требования безопасности при работе с нефтью

15.2.1 Нефть является природным жидким токсичным продуктом. Контакт с нефтью вызывает сухость кожи, пигментацию или стойкую эритему, приводит к образованию угрей, бородавок на открытых частях тела. Острые отравления парами нефти вызывают повышение возбудимости центральной нервной системы, снижение кровяного давления и обоняния. Нефть содержит легкоиспаряющиеся вещества, опасные для здоровья и жизни человека, а также для окружающей среды.

15.2.2 Класс опасности нефти - по ГОСТ 12.1.007. При отборе проб нефть относят к 3 классу опасности (предельно допустимая концентрация аэрозоля нефти в воздухе

рабочей зоны – 10 мг/м³), при хранении и лабораторных испытаниях – к 4 классу опасности (предельно допустимая концентрация по легким углеводородам в пересчете на углерод – 300 мг/м³) [5].

Нефть, содержащую сероводород массовой долей более 20 млн⁻¹, считают сероводородсодержащей и относят к 3 классу опасности. Предельно допустимая концентрация сероводорода в смеси с углеводородами С₁ - С₅ в воздухе рабочей зоны – 3 мг/м³ [5].

Необходимо предпринимать меры по предупреждению скопления внизу сероводорода и других тяжелых токсичных и взрывоопасных газов.

15.2.3 Максимальная удельная суммарная активность радионуклидов в нефти – по СТ РК 1347.

15.2.4. Нефть относят к легковоспламеняющимся жидкостям 3 класса по ГОСТ 19433. Температура самовоспламенения нефти выше 250 °С.

15.2.5 Категория взрывоопасности и группа взрывоопасных смесей паров нефти с воздухом ПА-Т3 по ГОСТ 30852.5.

15.2.6 При возгорании нефти применяют средства пожаротушения: распыленную воду, химическую и механическую пену; при объемном тушении применяют порошковые огнетушители, углекислый газ, при тушении жидкостью – бромэтиловые составы (СЖБ), перегретый пар, песок, асбестовые одеяла, кошму и другие средства.

15.2.7 Во избежание возгорания не допускать открытого огня, искр, курения. Во избежание образования взрывоопасных паровоздушных смесей применять закрытую систему, вентиляцию, взрывозащищенное оборудование. Не допускать образования тумана.

15.2.8 При случайном вдыхании выйти на свежий воздух. При контакте удалить загрязненную одежду, промыть кожу большим количеством воды. При контакте с глазами промыть большим количеством воды в течение нескольких минут. При проглатывании не вызывать рвоту. Обратиться за медицинской помощью.

15.2.9 Все электроприборы и предметы, на которых есть вероятность скапливания статического заряда, необходимо заземлять.

15.3 Требования безопасности при работе с толуолом

15.3.1 Толуол является бесцветной высокотоксичной сильно огнеопасной жидкостью с характерным запахом.

Вещество может всасываться в организм при вдыхании, через кожу и через рот. Опасное загрязнение воздуха будет достигаться довольно быстро при испарении этого вещества при 20 °С. Влияние кратковременного воздействия: вещество раздражает глаза и дыхательные пути. Воздействие может вызвать депрессию центральной нервной системы. Воздействие в большой дозе может вызвать сердечную дисритмию, потерю сознания и смерть. Влияние длительного или многократного воздействия: повторный или длительный контакт с кожей может вызвать дерматит. Вещество может оказывать воздействие, на центральную нервную систему приводя к снижению способности к обучению и психологическим расстройствам.

Пар тяжелее воздуха и может стелиться по земле; возможно возгорание на расстоянии. В результате вытекания, перемешивания и др. могут образоваться электростатические заряды. Химическая опасность: реагирует бурно с сильными окислителями с опасностью пожара и взрыва.

15.3.2 Класс опасности толуола по ГОСТ 12.1.007 – 4 класс опасности (предельно допустимая концентрация паров толуола в воздухе рабочей зоны – 50 мг/м³).

15.3.3 Тoluол относят к легковоспламеняющимся жидкостям 3 класса по ГОСТ 19433. Температура самовоспламенения толуола 480 °С.

15.3.4 Категория взрывоопасности и группа взрывоопасных смесей паров толуола с воздухом ПА-Т1 по ГОСТ 30852.5.

15.3.5 При возгорании толуола применяют средства пожаротушения: пена, порошок, двуокись углерода.

15.3.6 Во избежание возгорания не допускать открытого огня, искр, курения. Во избежание образования взрывоопасных паровоздушных смесей: использовать закрытые системы, вентиляцию, взрывобезопасное электрооборудование и освещение. Не допускать накопление электростатического заряда. Не использовать сжатый воздух для заполнения, выпуска или при обращении

15.3.7 При случайном вдыхании выйти на свежий воздух, искусственное дыхание по показаниям. При контакте удалить загрязненную одежду, промыть кожу водой с мылом. При контакте с глазами промыть большим количеством воды в течение нескольких минут. При проглатывании прополоскать рот, дать выпить растворенный в воде активированный уголь, не вызывать рвоту. Обратиться за медицинской помощью.

15.4 Требования безопасности при работе с ацетоном

15.4.1 Ацетон является бесцветной сильно огнеопасной, токсичной жидкостью с характерным запахом. Вещество может всасываться в организм при вдыхании и через кожу. Опасное загрязнение воздуха будет достигаться довольно быстро при испарении этого вещества при 20 °С; однако, при диспергировании, загрязнение будет достигаться быстрее. Влияние кратковременного воздействия: пар раздражает глаза и дыхательные пути. Вещество может оказывать действие на центральную нервную систему, печень, почки желудочно-кишечный тракт. Влияние длительного или многократного воздействия: повторный или длительный контакт с кожей может вызвать дерматит. Вещество может оказывать действие на кровь и костный мозг.

Пар тяжелее воздуха и может стелиться по земле; возможно возгорание на расстоянии. Вещество может образовать взрывоопасные перекиси при контакте с сильными окислителями, такими как уксусная кислота, азотная кислота, перекись водорода. Реагирует с хлороформом и бромформом при обычных условиях с опасностью пожара и взрыва. Агрессивно в отношении пластика.

15.4.2 Класс опасности ацетона по ГОСТ 12.1.007 – 4 класс опасности (предельно допустимая концентрация паров ацетона в воздухе рабочей зоны – 200 мг/м³).

15.4.3 Ацетон относят к легковоспламеняющимся жидкостям 3 класса по ГОСТ 19433. Температура самовоспламенения ацетона 465 °С.

15.4.4 Категория взрывоопасности и группа взрывоопасных смесей паров ацетона с воздухом ПА-Т1 по ГОСТ 30852.5.

15.4.5 При возгорании ацетона применяют средства пожаротушения: порошок, спиртоустойчивая пена, большое количество воды, двуокись углерода.

15.4.6 Во избежание возгорания не допускать открытого огня, искр, курения, не допускать контакта с окислителями. Во избежание образования взрывоопасных паровоздушных смесей: использовать закрытые системы, вентиляцию, взрывобезопасное электрооборудование и освещение, не использовать сжатый воздух для заполнения, выпуска или при обращении.

15.4.7 При случайном вдыхании выйти на свежий воздух. При контакте удалить загрязненную одежду, промыть кожу большим количеством воды. При контакте с

глазами промыть большим количеством воды в течение нескольких минут. При проглатывании прополоскать рот. Обратиться за медицинской помощью.

15.5 Требования безопасности при работе с пентаном

15.5.1 Пентан является токсичной и легковоспламеняющейся бесцветной жидкостью с характерным запахом. Вещество может всасываться в организм при вдыхании паров и через рот. Опасное загрязнение воздуха будет достигаться довольно быстро при испарении этого вещества при 20 °С. Влияние кратковременного воздействия: проглатывание жидкости может вызвать аспирацию в легких с риском возникновения химического воспаления легких. Вещество может оказывать действие на центральную нервную систему. Влияние длительного или многократного воздействия: повторный или длительный контакт с кожей может вызвать дерматит. Пар тяжелее воздуха и может стелиться по земле; возможно возгорание на расстоянии и может накапливаться в помещениях с низкими потолками, вызывая недостаток кислорода. Реагирует с сильными окислителями (например, пероксидами, нитратами и перхлоратами), приводя к опасности возникновения пожара и взрыва. Пентан агрессивен в отношении некоторых форм пластиков, резины и полимерных покрытий.

15.5.2 Класс опасности пентана по ГОСТ 12.1.007 – 4 класс опасности (предельно допустимая концентрация паров пентана в воздухе рабочей зоны – 300 мг/м³).

15.5.3 Пентан относят к легковоспламеняющимся жидкостям 3 класса по ГОСТ 19433. Температура самовоспламенения пентана 286 °С.

15.5.4 Категория взрывоопасности и группа взрывоопасных смесей паров пентана с воздухом ПА-Т3 по ГОСТ 30852.5

15.5.5 При возгорании пентана применяют средства пожаротушения: порошок, пена, двуокись углерод, пенообразователи класса AFFF.

15.5.6 Во избежание возгорания не допускать открытого огня, искр, курения, не допускать контакта с сильными окислителями. Во избежание образования взрывоопасных паровоздушных смесей: использовать закрытые системы, вентиляцию, взрывобезопасное электрооборудование и освещение. Не допускать накопление электростатического заряда. Использовать инструменты, не дающие искр.

15.5.7 При случайном вдыхании выйти на свежий воздух. При контакте удалить загрязненную одежду, промыть кожу водой с мылом. При контакте с глазами промыть большим количеством воды в течение нескольких минут. При проглатывании прополоскать рот, не вызывать рвоту. Обратиться за медицинской помощью.

15.6 Требования безопасности при работе с 2,2-диметилбутаном (2,3-диметилбутаном)

15.6.1 2,2-диметилбутан (2,3-диметилбутан) является токсичной, летучей, сильно огнеопасной жидкостью с характерным запахом. Вещество может всасываться в организм при вдыхании паров, через кожу и через рот. Опасное загрязнение воздуха будет достигаться довольно быстро при испарении этого вещества при 20 °С. Влияние кратковременного воздействия: вещество раздражает глаза. Проглатывание жидкости может вызвать аспирацию в легких с риском возникновения химического воспаления легких. Вещество может оказывать действие на центральную нервную систему. Влияние длительного или многократного воздействия: повторный или длительный контакт с кожей может вызвать дерматит. Жидкость обезжиривает кожу. Вещество может оказывать действие, на периферическую нервную систему приводя к полинейропатии.

Пар тяжелее воздуха и может стелиться по земле; возможно возгорание на расстоянии. Реагирует с сильными окислителями с опасностью пожара и взрыва.

15.6.2 Класс опасности 2,2-диметилбутана (2,3-диметилбутана) по ГОСТ 12.1.007 – 4 класс опасности (предельно допустимая концентрация паров в воздухе рабочей зоны – 300 мг/м³).

15.6.3 2,2-диметилбутан (2,3-диметилбутан) относят к легковоспламеняющимся жидкостям 3 класса по ГОСТ 19433. Температура самовоспламенения 2,2-диметилбутана 425 °С, температура самовоспламенения 2,3-диметилбутана 435 °С.

15.6.4 Категория взрывоопасности и группа взрывоопасных смесей паров 2,2-диметилбутана (2,3-диметилбутана) с воздухом ПА-Т2 по ГОСТ 12.1.011.

15.6.5 При возгорании применяют средства пожаротушения: порошок, пену, двуокись углерода.

15.6.6 Во избежание возгорания не допускать открытого огня, искр, курения. Во избежание образования взрывоопасных паровоздушных смесей: использовать закрытые системы, вентиляцию, взрывобезопасное электрооборудование и освещение. Не допускать накопление электростатического заряда. Использовать инструменты, не дающие искр.

15.6.7 При случайном вдыхании выйти на свежий воздух. При контакте удалить загрязненную одежду, промыть кожу водой с мылом. При контакте с глазами промыть большим количеством воды в течение нескольких минут. При проглатывании прополоскать рот, не вызывать рвоту. Обратиться за медицинской помощью.

Приложение А
(справочное)

Зависимость упругости паров сырой нефти от температуры

Для некоторых целей, например, для транспортировки и хранения, может оказаться полезным измерять изменение упругости паров сырой нефти в зависимости от изменения температуры. Чтобы получить такую информацию, необходимо выполнить следующее.

А.1 Следовать инструкциям, указанным в 12.1 – 12.8. Исходная измерительная температура программируется на минимальную интересующую температуру, но не ниже температуры, указанной в 12.7.

А.2 Увеличивать измерительную температуру пошагово до достижения максимальной интересующей температуры, но не выше 80 °С. На каждом шаге должны проводиться измерения в соответствии с 12.7 и 12.8.

А.3 Результат либо записывается как последовательность значений, либо отображается на графике зависимости логарифма V_{PCR_x} от $1/T$, где T – абсолютная измерительная температура в градусах °К ($^{\circ}\text{C} + 273,2$)

Примечание – Не было получено точных данных для температур, отличных от 37,8 °С.

Приложение Б (обязательное)

Метод калибровки электронного вакуумного измерительного устройства

Б.1 Используемое оборудование

Б.1.1 Собрать вакуумный манифольд, показанный на рисунке Б.1. Он должен быть способен поддерживать стабильное давление с точностью до 1 % на всех используемых уровнях давления.

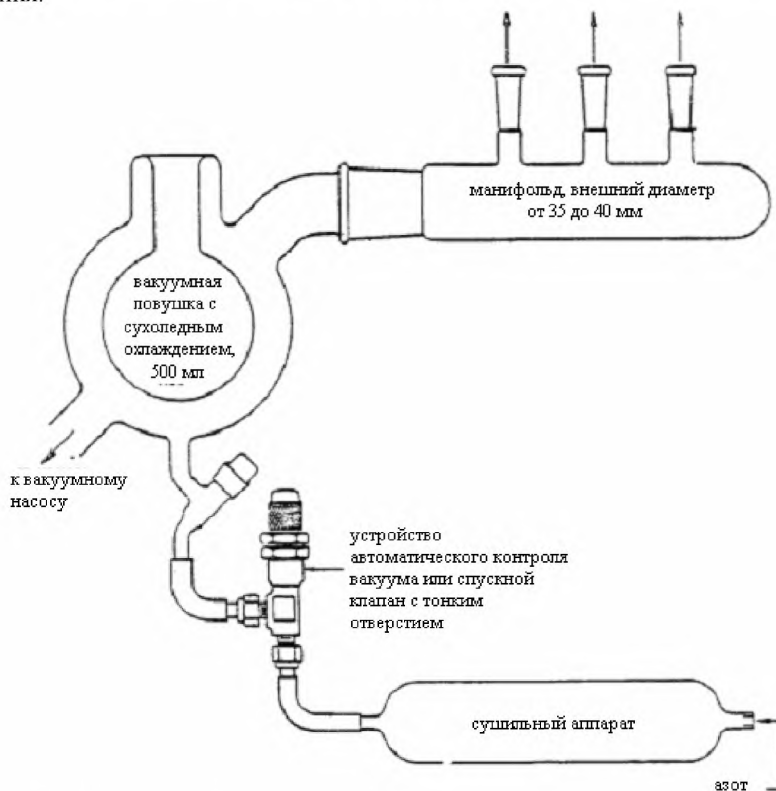


Рисунок Б.1 – Схема манифольда для калибровки вакуумных манометров

Б.1.2 Для давлений в диапазоне от атмосферного давления до 13,3 кПа, вакуумный ртутный барометр или манометр являются первичными эталонами. На рисунке Б.2 показана конструкция, при использовании которой любой воздух, находящийся внутри измерительного прибора над ртутью, удерживается внутри заостренного конца прибора, где его можно легко видеть. Измерительный прибор считается достаточно вакуумированным и может использоваться для калибровки, если внутри его заостренного конца не остается воздуха, обнаруживаемого визуально невооруженным глазом, после удаления воздуха. Стекло должно быть химически чистым внутри.

Б.1.3 Если в заостренном конце прибора замечен воздух, следует зафиксировать прибор в горизонтальном положении таким образом, чтобы отверстие вакуумного отсоса

было направлено вверх, а верхняя часть прибора находилась ниже нижней части прибора таким образом, чтобы открыть отверстие в дне центральной трубки. Создать вакуум менее 0,0133 кПа и нагревать конец прибора, содержащий ртуть, с помощью инфракрасной нагревательной лампы или источника горячего воздуха до тех пор, пока ртуть не достигнет температуры кипения. Продолжать медленно нагревать до тех пор, пока ртуть в центральной трубке не будет частично перегнана во внешнюю трубку. Свидетельством этого будет появление ртутного конденсата на стенке. Вернуть прибор в вертикальное положение и медленно снять вакуум. Убедиться, что в верхнем кончике центральной трубки не видно воздуха после завершения отведения воздуха. **Внимание** – пары ртути ядовиты, вредны или смертельно опасны при вдыхании или проглатывании.

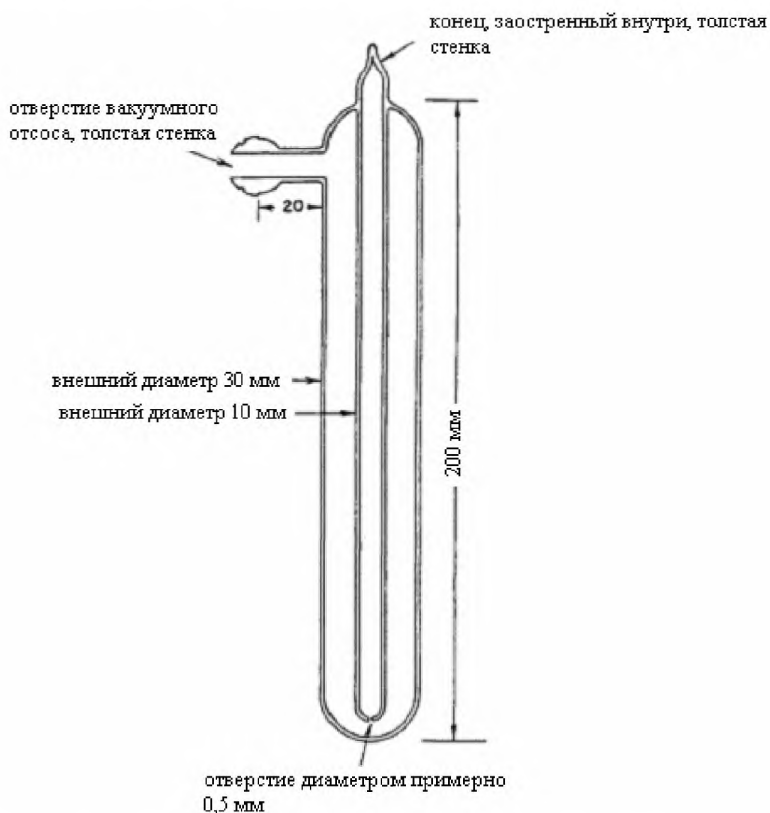


Рисунок Б.2 – Схема вакуумного манометра

Б.1.4 Для давлений ниже 13,3 кПа первичным эталоном является не качающийся манометр МакЛеода.

Б.1.5 Выбрать манометр МакЛеода с таким рабочим диапазоном, чтобы желаемое калибровочное давление находилось в пределах от 10 % до 90 % шкалы манометра. Перед заливкой чистой ртутью, нагревать пустой эталонный манометр МакЛеода при температуре 250 °С в течение не менее 30 мин при давлении меньшем 10 кПа. После этого, предохранять эталонный манометр от воздействия влаги, например, влаги, содержащейся в атмосферном воздухе. Как мера предосторожности, рекомендуется использовать два эталонных манометра МакЛеода с различными диапазонами измеряемого давления. Если они выдают одинаковые результаты при испытании под давлением, это является свидетельством того, что испытательная система не содержит влагу или другие конденсируемые материалы.

Б.1.6 Как альтернатива использованию первичных эталонных измерительных приборов, допускается использование поверенных измерительных приборов (электронных или иных) при условии, что они калиброваны с использованием первичных эталонных измерительных приборов. Такие измерительные приборы должны проходить повторные поверки на регулярной основе, но не реже одного раза в год.

Б.2 Процедура калибровки

Б.2.1 Подготовить испытательный манифольд, такой как показан на рисунке Б.1. Убедиться, что испытательный манифольд не протекает и может поддерживать стабильное давление на требуемом уровне. Проверка на протекание проводится следующим образом. Провести откачку воздуха насосом до достижения давления меньшего 0,1 кПа и изолировать насос. Наблюдать давление внутри манифольда в течение не менее 1 мин. Если давление повышается не более чем на 0,01 кПа за время наблюдения, манифольд считается приемлемым.

Б.2.2 Подсоединить эталонный (первичный) вакуумный манометр (или манометры), и калибруемый манометр (или манометры) к манифольду. Манометры должны иметь такой диапазон измерений, чтобы желаемое калибровочное давление попадало в диапазон от 10 % до 90 % их шкалы. Поместить ловушку с сухоледным охлаждением между манифольдом и вакуумным насосом. Довести давление до требуемого испытательного давления и провести окончательную проверку на протекание аналогично п. Б.2.1.

Б.2.3 После того, как устойчивое состояние будет наблюдаться в течение не менее 3 мин, показания всех калибруемых манометров снимаются и сравниваются с показанием эталонного манометра.

Б.2.4 Повторить процедуру калибровки на других требуемых уровнях давления.

Б.2.5 Составить таблицу корректировок, которые должны добавляться на каждом уровне давления для каждого испытанного манометра. При необходимости, использовать данную таблицу для интерполяции.

Приложение
(справочное)

Библиография

- | | |
|--|--|
| [1] СНиП РК 3.02-04-2002 | Административные и бытовые здания |
| [2] приказ Министра здравоохранения Республики Казахстан от 12 марта 2004 года № 243 | Инструкция по проведению обязательных предварительных и периодических медицинских осмотров работников, подвергающихся воздействию вредных, опасных и неблагоприятных производственных факторов, и определению профессиональной пригодности |
| [3] приказ и.о. Министра здравоохранения Республики Казахстан от 24 марта 2005 года №136 | Санитарно-эпидемиологические правила и нормы «Санитарно-эпидемиологические требования к содержанию условиям работы в лабораториях, выполняющих химические, токсикологические, радиологические исследования» |
| [4] СН РК 2.02-11-2002 | Нормы оборудования зданий, помещений и сооружений системами автоматической пожарной сигнализации, автоматическими установками пожаротушения и оповещения людей о пожаре |
| [5] приказ Министра здравоохранения Республики Казахстан от 03 декабря 2004 года №841 | Гигиенические нормы «Предельно допустимые концентрации и ориентировочные безопасные уровни вредных веществ в воздухе рабочей зоны» |

УДК 655.521

МКС 75.040

КПВЭД 11.10.10 75.180

Ключевые слова: сырая нефть, упругость паров, отношение паровой и жидкой фаз

Для заметок

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана. Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы,
Есіл өзенінің сол жақ жағалауы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074