

**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ**  
**различного состава, свойств и назначения**  
**нефти, нефтепродуктов и газового конденсата**  
**производства ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб»**

# КОНТАКТЫ

## ЗАО «СИБТЕХНОЛОГИЯ»

- Генеральный директор  
Анатолий Федорович Колесников
- [www.sthim72.ru](http://www.sthim72.ru)
- E-mail: [gso@sthim72.ru](mailto:gso@sthim72.ru)
- Тел/факс: (3452) 496667
- Менеджер по продажам СО Чуклина  
Марина Петровна

## ООО «СЕРВОЛАБ»

- Генеральный директор  
Алексей Анатольевич Колесников
- [www.servolab72.ru](http://www.servolab72.ru)
- E-mail: [gso@servolab72.ru](mailto:gso@servolab72.ru)
- Тел/факс: (3452) 496932
- Менеджер по продажам СО  
Каминская Александра Валентиновна

### ОТВЕТСТВЕННЫЕ ЗА РАЗРАБОТКУ И КАЧЕСТВО СО:

Специалист по научно-производственным вопросам Ельдецова Светлана Никифоровна  
Специалист по производству СО Шут Дмитрий Анатольевич,  
Начальник лаборатории производства СО Шут Ирина Владимировна

Тел/факс (3452) 496667, 496932, E-mail [gso@servolab72.ru](mailto:gso@servolab72.ru), [gso@sthim72.ru](mailto:gso@sthim72.ru)

# По данным ФГУП «УНИИМ»

## **РЕЕСТР УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ**

(первые зарегистрированные типы СО в 1970 г.)

По состоянию на 01.01.2011 г.

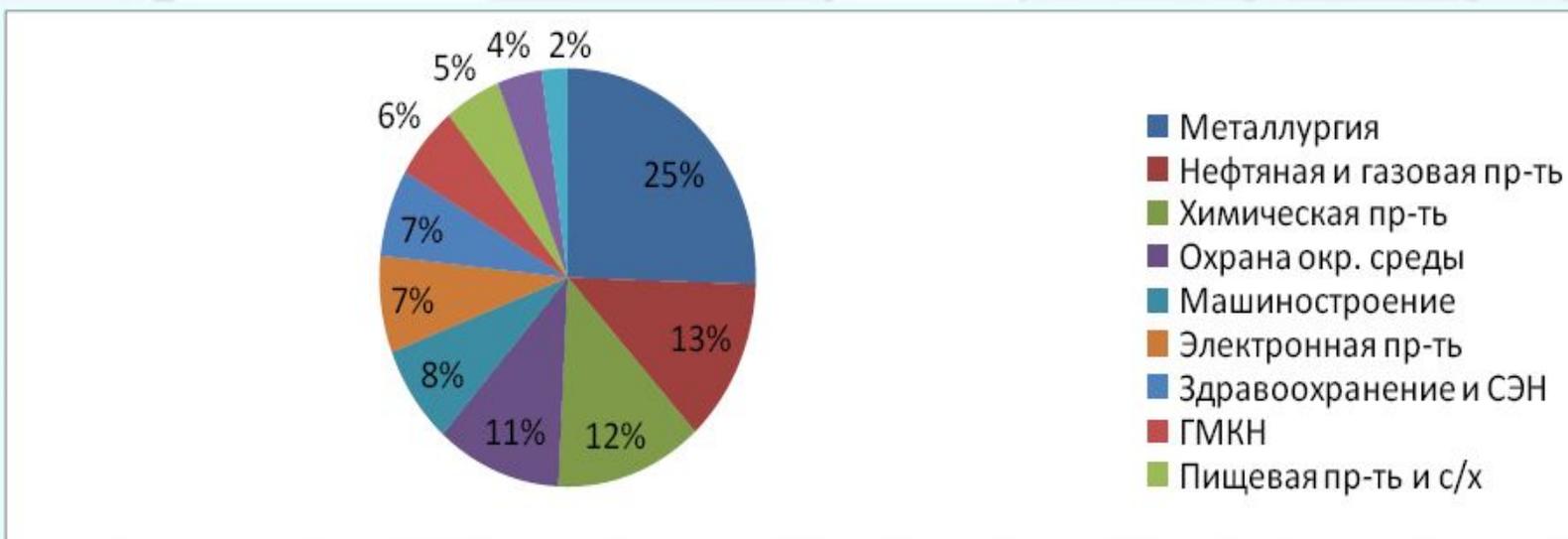
Реестр утвержденных типов СО  
насчитывает более 10 177 типов СО

## **БАЗА ДАННЫХ РАЗРАБОТЧИКОВ И ИЗГОТОВИТЕЛЕЙ УТВЕРЖДЕННЫХ ТИПОВ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ**

(более 150 участников)

# Существующая номенклатура стандартных образцов утвержденных типов

## Соотношение стандартных образцов в Реестре утвержденных типов стандартных образцов



СО для строительной промышленности – 0,8%

СО для энергетики и атомной промышленности – 0,7%

СО для фармацевтической промышленности и микробиологии – 0,6%

СО для ветеринарии – 0,3%

## ПРОИЗВОДИТЕЛИ ГСО НЕФТЕПРОДУКТОВ

- Группа компаний «ИНТЕГРСО», АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО»
  - ООО «Нефть-Стандарт»
    - ООО «Экохим»
    - ООО «НПЦ МАРСО»
- ЗАО «Сибтехнология», ООО «Серволаб»
  - ФГУ «Тюменский ЦСМ»

## ГАРМОНИЗИРОВАННЫЕ НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ

ISO Guide 31 Reference materials — Contents of certificates and labels

ГОСТ Р 8.691-2010 ГСИ. Стандартные образцы материалов (веществ).  
Требования к содержанию паспортов и этикеток

- ISO Guide 34 General requirements for the competence of reference material producers

- Р 50.2.061-2008 ГСИ. Общие критерии компетентности производителей стандартных образцов

- ISO Guide 35 Reference Materials — General and statistical principles for certification

- ГОСТ Р 8.694-2010 ГСИ. Стандартные образцы материалов (веществ).  
Общие и статистические принципы определения метрологических характеристик

# НОРМАТИВНАЯ БАЗА ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ В ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЯХ

- ФЗ РФ № 102 ОТ 26 ИЮНЯ 2008 г. «Об обеспечении единства измерений»
- ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»
- Технический регламент о требованиях к автомобильному и авиационному бензину, дизельному и судовому топливу, топливу для реактивных двигателей и топочному мазуту, утвержден Постановлением Правительства РФ № 118 от 27 февраля 2008 г.

# ФЗ РФ № 102 ОТ 26 ИЮНЯ 2008 г.

## ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЗАКОН ОБ ОБЕСПЕЧЕНИИ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

### ОСНОВНЫЕ РАЗДЕЛЫ

Глава I  
ОБЩИЕ  
ПОЛОЖЕНИЯ  
СТ. 1 - 4

Глава II  
ТРЕБОВАНИЯ К  
ИЗМЕРЕНИЯМ,  
ЕДИНИЦАМ  
ВЕЛИЧИН, ЭТАЛОНАМ  
ВЕЛИЧИН, СТАНДАРТНЫМ  
ОБРАЗЦАМ, СРЕДСТВАМ  
ИЗМЕРЕНИЙ  
СТ. 5 - 10

Глава III  
ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
РЕГУЛИРОВАНИЕ  
В ОБЛАСТИ  
ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ  
СТ. 11 - 17

Глава IV  
КАЛИБРОВКА  
СРЕДСТВ  
ИЗМЕРЕНИЙ  
СТ. 18

Глава V  
АККРЕДИТАЦИЯ  
В ОБЛАСТИ  
ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ  
СТ. 19

Глава VI  
ФЕДЕРАЛЬНЫЙ  
ИНФОРМАЦИОННЫЙ  
ФОНД ПО  
ОБЕСПЕЧЕНИЮ  
ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ  
СТ. 20

Глава VII  
ОРГАНИЗАЦИОН-  
НЫЕ ОСНОВЫ  
ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ  
СТ. 21-22

Глава VIII  
ОТВЕТСТВЕН-  
НОСТЬ ЗА  
НАРУШЕНИЕ  
ЗАКОНОДА-  
ТЕЛЬСТВА  
СТ. 23-24

Глава IX  
ФИНАНСИРОВАНИЕ  
В ОБЛАСТИ  
ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ

# Государственное регулирование

**Государственное регулирование в области обеспечения единства измерений осуществляется в следующих формах:**

- утверждение типа стандартных образцов или типа средств измерений в соответствии с Приказом № 1081 от 30 ноября 2009 г (Об утверждении Порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, Порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, Порядка выдачи свидетельств об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, установления и изменения срока действия указанных свидетельств и интервала между поверками средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения);
- государственный метрологический надзор за производством СО

## Во исполнение первого положения ФЗ № 102 «Об обеспечении единства измерений»

- С целью выработки единой политики в области комплексного обеспечения стандартными образцами лабораторий занимающихся испытаниями нефти и нефтепродуктов и создания достаточной научно-производственной базы
- ООО «Серволаб» и ЗАО «Сибтехнология», сохраняя юридическую и финансовую самостоятельность, заключили договор о совместной деятельности, исключающую дублирование разработок.

## Разработаны и предлагаются к применению

- 20 типов государственных стандартных образцов (ГСО) нефти на естественной основе:
- **Сертификаты 11 типов СО действительны до 25 декабря 2013 г,**
- **Свидетельства 9 типов СО действительны до 24 декабря 2014 г**
- 16 из них признаны в ранге межгосударственных стандартных образцов восемью странами СНГ на 35 заседании Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (10-11 июня 2009 г. в г. Минске)
- 14 типов государственных стандартных образцов нефтепродуктов, находящихся на этапе признания в ранге МСО.
- **Свидетельства 14 типов СО действительны до 31 марта 2016 г**

## Предлагаются к применению От единственных производителей в России

- 11 типов ГСО газового конденсата на естественной основе также признанных в ранге МСО

Свидетельства СО действительны до 24 декабря 2014 г

- 4 типа комплексных образцов ГСО состава и свойств нефте-продуктов на естественной основе (образцы находятся на этапе признания в ранге МСО):

- Бензина автомобильного по 8 показателям,
- Дизельного топлива по 16 показателям,
- Моторного масла по 9 показателям,
- Турбинного масла по 8 показателям.

Свидетельства СО действительны до 24 декабря 2014 г

(СО производства ООО «Серволаб» имеют начальные литеры ГК- или Н-, например ГК-С, Н-ПВ)

(СО производства ООО «Сибтехнология» имеют начальные литеры СТ-, например СТ-Н-С, СТ-НП-П, СТ-Б)

Информация об утвержденных типах СО размещена на сайтах:

[www.servolab72.ru](http://www.servolab72.ru),  
[www.sthim72.ru](http://www.sthim72.ru)

# В СТАДИИ РАЗРАБОТКИ НАХОДЯТСЯ ГСО НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ С ПЕРСПЕКТИВОЙ УТВЕРЖДЕНИЯ ТИПОВ 2012-2013 гг..

## КОМПЛЕКСНЫЕ ГСО НА ЕСТЕСТВЕННОЙ ОСНОВЕ:

- СТ-МТФ Состав и свойства масла трансформаторного
- СТ-МИ Состав и свойства масла индустриального
- СТ-М Состав и свойства масла трансмиссионного
- СТ-МК Состав и свойства масла компрессорного
- СТ-М Состав и свойства мазута топочного
- СТ-Н-МСН Содержание меркаптанов и сероводорода в нефти
- СТ-НП-МСН Содержание меркаптанов в нефтепродуктах

Во исполнение второго положения ФЗ № 102 «Об обеспечении единства измерений» ЗАО «Сибтехнология» прошло без замечаний проверку в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений деятельности, связанной с изготовлением стандартных образцов на основании распоряжения от 11.08.2011 № 514/288 Руководителя УМТУ Росстандарта

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)**

**УРАЛЬСКОЕ МЕЖРЕГИОНАЛЬНОЕ ТЕРРИТОРИАЛЬНОЕ УПРАВЛЕНИЕ (УМТУ РОССТАНДАРТА)**

г. Тюмень, ул. Гайдара, 27

№ 23 от 23 августа 2011 г.

**АКТ ПРОВЕРКИ**

Отдел государственного надзора по Свердловской области УМТУ Росстандарта

№ ИТ-514/288

г. Тюмень, ул. Гайдара, 27

23.08.2011 в 09 час.00 мин.

Государственный инспектор ОГП УМТУ Росстандарта – Журавлева Галина Геннадьевна

При проведении проверки присутствовали: Синякин из научно-производственного центра - Ельзина Светлана Викторовна, Начальник лаборатории - Шут Ирина Владимировна

**1. Исходные данные о проверяемом субъекте хозяйственной деятельности:**  
 Одним из видов деятельности, согласно Устава, является производство химической продукции, лабораторной посуды и государственных стандартных образцов.

**Результаты учредления:**  
 ИНН 7203065542, КПП 720401001, ОГРН 1027200844175,  
 р/сч. 40702810790040000791 в Тюменском филиале ОАО «СИББАНК-СБАНК» г. Тюмень,  
 к/сч 30101810100000000985, БИК 047130985, ОКПО 39340384, ОКОНХ 711110  
 Юридический адрес и местонахождение предприятия: 625035 Тюменская область г.Тюмень, ул. С. Ильмина, 27  
 Численность работников ЗАО «Сибтехнология» составляет 56 человек.

**2. Результаты проверки, проведенные в рамках государственного метрологического надзора:**  
 проверка средств измерений в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений при:  
 - осуществлении деятельности, связанной с изготовлением стандартных образцов  
 - выполнении работ по обеспечению базисных условий в рамках ТРУЭИ,  
 включая на предприятии, находящегося в зоне государственного регулирования деятельности, указанной в пункте 1 п. 2 ст. 1 Федерального закона «Об обеспечении единства измерений».

ЗАО «Сибтехнология» является производителем государственных стандартных образцов нефти и нефтепродуктов из эталонной нефти, разработанных ООО «Сервис», которое на основании Сертификата № К01-022 от 14.05.10, выданного Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии, является Координатором межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ). Путем регулярного проведения межлабораторных сравнительных испытаний в аттестованной лаборатории, а также в соответствии с заключенными договорами, производится расчет аттестованного значения ГСО. На основе данных межлабораторных сравнений основана разработка новых типов, корректирование ГСО нефти и нефтепродуктов, производных препаратов.

Проверено:  
 1) 5 ед. эталонной единицы величины, из них 0 с нарушением требований;  
 2) 83 ед. средств измерений, из них 0 с нарушением требований (см. Приложение 1)  
 3) 0 комплексов стандартных образцов, из них 0 с нарушением требований

Государственный стандартный образец закисления выделенных заров нефтепродуктов ДВН1-20-18С ГСО 9131-2009  
 Государственный стандартный образец массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах (НН-0,1-3В) ГСО 7928-2001  
 Государственный стандартный образец массовой доли серы в минеральном масле (СН-0,000-4НС) ГСО 9402-2009  
 Государственный стандартный образец температуры воздуха в открытом тисле ТВОТ-230-1НС ГСО 9353-2009  
 Государственный стандартный образец фракционного состава нефтепродуктов ФС-ПТ-4НС ГСО 9469-2009  
 Государственный стандартный образец кислотного числа нефтепродуктов КЧ-0,1-4НС ГСО 9318-2009

Требования этикетки и применения соблюдаются.

5	Тетрамер С8, Т80	1(118884), 5(119864)	2	0	-	Проверка в соответствии с Графиком
6	Манометр МДК		14	0	-	Проверка в соответствии с Графиком
7	Приборность измерительной аппаратуры в области метрологического обеспечения	229	1	0	-	Проверка в соответствии с Графиком
8	Комплекс средств измерений для измерения на базе преобразователя «Атомик-Брексел 3000»	00784	1	0	-	Проверка в соответствии с Графиком
9	Манометр избыточного давления для тарных измерений МТН	1879, 1879, 118, 121, 109, 1097	6	0	-	Проверка в соответствии с Графиком
10	Манометр абсолютный МО	241, 1405, 1601, 940	4	0	-	Проверка в соответствии с Графиком
11	Осциллограф «ОСТАВАМ»	34037	1	0	-	Проверка в соответствии с Графиком
Итого:		88	83 ед.СИ и 5 ед. УЭИ	0	0	

Государственный инспектор: Г.Г. Журавлева  
 Участник проверки: И.В. Шут  
 Специалист по метрологическому надзору: С.Н. Ельзина  
 Представитель проверяемого субъекта: А.Ф. Ельзин

ООО «Серволаб» получило признание статуса провайдера проверок квалификации лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17043-2010 «Оценка соответствия. Общие требования к проверкам квалификации лабораторий» Свидетельство К01.022 до 08.08.2016 г.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**СВИДЕТЕЛЬСТВО**  
О ПРИЗНАНИИ ПРОВАЙДЕРА  
ПРОВЕРЕК КВАЛИФИКАЦИИ ЛАБОРАТОРИЙ

№ К01.022  
Действительно до «08» августа 2016 г.

Настоящее свидетельство выдано Обществу с ограниченной ответственностью «Серволаб» (ООО «Серволаб»)  
625017, г. Тюмень, поселок Рошино, ул. Сергея Ильюшина, стр. 27  
и удостоверяет, что ООО «Серволаб» соответствует требованиям международного стандарта ИСО/МЭК 17043:2010 и признан(о) компетентным в проведении проверок квалификации испытательных (аналитических) лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний.

Область деятельности провайдера определена в приложении к настоящему свидетельству и является его неотъемлемой частью.

Заместитель Руководителя  
Федерального агентства  
по техническому регулированию  
и метрологии

В.Н.Крутиков  
2011 г.  
М.П.

Зарегистрировано в Реестре  
провайдеров проверок  
квалификации испытательных  
(аналитических) лабораторий

«08» августа 2011 г.

# Стандартные образцы. Термины и определения

**Стандартный образец материала [вещества] (стандартный образец, СО):** Образец материала [вещества], одно или несколько свойств которого установлены метрологически обоснованными процедурами, к которому приложен документ, выданный уполномоченным органом, содержащий значения этих свойств с указанием характеристик погрешностей (неопределенностей) и утверждение о прослеживаемости. [Р 50.2.056-2007 пункт 2.1]

**Испытания стандартных образцов в целях утверждения типа (испытания СО):** Работы по определению метрологических и технических характеристик стандартных образцов.

## **Метрологические характеристики стандартного образца:**

Характеристика стандартного образца материала [вещества], используемая для получения результатов измерений (испытаний), выполняемых с применением стандартного образца материала [вещества], и/или для оценивания точности этих результатов.

К метрологическим характеристикам СО относятся:

- аттестованное значение стандартного образца,
- диапазон аттестованных значений стандартного образца (для комплекта),
- неопределенность (характеристика погрешности) аттестованного значения стандартного образца.

**Аттестованное значение стандартного образца:** Значение величины, характеризующей свойства материала стандартного образца, приводимое в паспорте с установленной при испытаниях характеристикой погрешности (неопределенностью).

**Характеристика погрешности аттестованного значения стандартного образца:** Параметр, определяющий возможные отклонения аттестованного значения стандартного образца материала [вещества] от действительного значения аттестуемой характеристики стандартного образца материала [вещества].

**Неопределенность аттестованного значения стандартного образца:** Параметр, характеризующий рассеяние значений, которые могли бы быть обосновано приписаны аттестуемой характеристике.

**Обязательные метрологические требования к стандартным образцам, подлежащим испытаниям в целях утверждения типа:**

- а) стандартные образцы должны иметь установленные при испытаниях следующие метрологические характеристики:
  - аттестованное значение стандартного образца;
  - неопределенность (характеристика погрешности) аттестованного значения стандартного образца, включающая неопределенность установления аттестованного значения, обусловленная неоднородностью материала, обусловленная нестабильностью материала.
- б) аттестованные значения стандартного образца должны быть выражены в значениях единиц величин, допущенных к применению в Российской Федерации в условиях обеспечения прослеживаемости к ним.

# Стандартные образцы применимы в лабораториях:

1. В соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерения, в случае если передача размеров единиц СИ невозможна и/или нецелесообразна, то прослеживаемость, устанавливается к стандартным образцам..... (п. 5.6.2.2.2 ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006). К таким методикам относится большинство методов определения состава и свойств нефти и нефтепродуктов, за исключением плотности.
2. Для градуировки средств измерений в межповерочный интервал (манометры для определения давления насыщенных паров) или проверки работоспособности комплекса оборудования (комплекс для испытаний вязкости: термостат, вискозиметры, секундомеры).

При выявлении адекватности применения методики в необходимом диапазоне в лаборатории и для оценки их точности таких как :

неопределенность результатов,

предел повторяемости и/или воспроизводимости,

**устойчивость к внешним воздействиям**

**чувствительность к влиянию матрицы пробы/объекта испытаний и СО.**

3. Для выявления источников неопределенности при испытаниях которыми могут являться .... стандартные образцы, применяемые методы и оборудование, окружающая среда, свойства и состояние объекта испытания или калибровки, а также оператор (5.6.3.2, 5.4.5.3 ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006).
4. Контроля стабильности результатов измерений.

# Система контроля качества результатов измерений



# Для обеспечения качества результатов испытаний в соответствии с п. 5.9 ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006

Лаборатория должна располагать процедурами управления качеством с тем, чтобы контролировать достоверность проведенных испытаний и калибровки. Результаты должны регистрироваться так, чтобы можно было выявить тенденции, и там, где это рационально, применить статистические методы для анализа результатов. Этот контроль должен планироваться и может включать, в частности, следующее:

1. регулярное использование аттестованных стандартных образцов и/или внутренний контроль качества с использованием стандартных образцов;
2. участие в межлабораторных сравнительных испытаниях или программах проверки квалификации;
3. дублирование испытаний или калибровки с использованием тех же или других методов;
4. повторные испытания или повторная калибровка сохраняемых объектов;
5. корреляция результатов на разные характеристики объекта.

\* Выбранные методы должны соответствовать виду и объему выполняемой работы.

\* Данные контроля качества должны анализироваться. При выявлении случаев отклонения от заранее установленного значения (критерия) должны быть предприняты спланированные действия для решения проблемы и предупреждения опубликования неправильных результатов.

Требования к точности измерений

Аттестация МВИ

Система  
менеджмента,  
в т.ч.:

Внедрение методик измерений в  
лаборатории

Внутренний контроль качества  
результатов измерений

Рабочие измерения

Обеспечение прослеживаемости результатов измерений

# Прослеживаемость

- это свойство результата измерения или значения эталона, заключающееся в возможности его соотнесения с принятыми реперами посредством непрерывной цепи калибровок или сличений с установленными неопределенностями

## **Прослеживаемость аттестованного значения СО:**

это свойство аттестованного значения СО, заключающееся в возможности его соотнесения с реперами с установленными неопределенностями, использованными при характеристике СО.

## **Установление прослеживаемости аттестованного значения СО:**

соотнесение аттестованного значения аттестуемой характеристики СО с принятыми реперами и оценивание вклада от неопределенностей этих реперов в неопределенность от характеристики СО.

1. до аттестованных значений СО, предоставленных производителем СО, компетентность которого подтверждена независимым органом;
2. до результатов измерений, полученных по установленным методикой измерений, или до согласованных эталонов, четко описанных и принятых всеми заинтересованными сторонами;
3. до согласованных результатов, полученных при межлабораторных сравнительных испытаниях.

# Процесс установления прослеживаемости измерений стандартных образцов и результатов измерений, полученных с применением стандартных образцов



# Прослеживаемость СО нашего производства

- все испытания СО проводятся с использованием поверенных средств измерений и аттестованного испытательного оборудования в аккредитованных лабораториях.
- расчет аттестованного значения СО проводится путем регулярного проведения межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) в аккредитованных лабораториях. Данные о прослеживаемости и результатах МСИ приведены в Паспорте на СО

# Форма паспорта на СО, введена с 01.01.2012

Приложение А  
(рекомендуемое)  
**Форма паспорта стандартного образца утвержденного типа**

\_\_\_\_\_ (полное название и адрес организаций разработчиков и изготовителей стандартного образца)

Страница 1 из \_\_\_\_\_



**ПАСПОРТ**  
**стандартного образца утвержденного типа**

\_\_\_\_\_ (регистрационный номер в Государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов)

\_\_\_\_\_ [номер партии (экземпляра) стандартного образца]

Наименование стандартного образца \_\_\_\_\_  
Назначение \_\_\_\_\_

Метрологические характеристики \_\_\_\_\_  
Срок годности экземпляра (периодичность повторных определений метрологических характеристик) \_\_\_\_\_ (месяц, год)

Описание стандартного образца \_\_\_\_\_  
Методики (методы) измерений, примененные при установлении метрологических характеристик стандартного образца \_\_\_\_\_

Продолжение  
Страница 2 из \_\_\_\_\_

Утверждение о прослеживаемости \_\_\_\_\_  
Дополнительные сведения \_\_\_\_\_  
Инструкция по применению \_\_\_\_\_  
Условия хранения и транспортирования \_\_\_\_\_  
Требования безопасности \_\_\_\_\_  
Комплект поставки \_\_\_\_\_  
Дата выпуска (последняя дата повторного определения метрологических характеристик) экземпляра (партии) \_\_\_\_\_ (месяц, год)  
Выпускается в соответствии со свидетельством об утверждении типа стандартного образца № \_\_\_\_\_, действительным до \_\_\_\_\_

Ответственный за выпуск СО \_\_\_\_\_ (подпись) \_\_\_\_\_ (расшифровка подписи)

\_\_\_\_\_ (подпись) \_\_\_\_\_ (расшифровка подписи)  
Должность ответственного лица \_\_\_\_\_  
организации изготовителя

М.П.

*Примечание – Все страницы паспорта должны иметь сквозную нумерацию.*

# Пример паспорта на СО

Лист 1 Место печати 1

**Закрытое акционерное общество "Сибтестнефтегаз"**  
 625033, г. Тюмень, поселок Ровдино, ул. С. Ильинкина, 27,  
 тел/факс 3452-496667 GSO@STHIM72.RU

ПАСПОРТ стандартного образца утвержденного типа  
 (СТ-Н-ВХМ) ГСО 9 272-2008 ИСО 1579:2009

Сертификат об утверждении стандартного образца № 3909,  
 действительный до 25 декабря 2013 г.

Комплект ГОСТов и стандартов стандартного образца, паспорт.  
 Дата выпуска: партия № 75, июль 2012 г.  
 Срок годности паспорта: 1 год

Назначение: стандартный образец состава нефти ГСО СТ-Н-ВХМ  
 Назначение: СО предназначено для контроля **каждый**

- массовый образ нефтепродуктов по ГОСТ 1 2477-45, ASTM D 4377-93а
- массовый образ нефтепродуктов прироста по ГОСТ 1 4370-83;
- массовый образ разливов воды солей и нефтепродуктов по ГОСТ 1 21534-74, а также для определения содержания воды в нефти.

Метр имеет класс не ниже стандартного

Таблицы - Аттестация метрологических характеристик

Наименование аттестованной характеристики образца	Аттестованное значение	Граничные значения
Массовая доля воды (по методу Динста-Стерна) %	0,17	10%
Массовая доля воды (по методу Фишера) %	0,170	10%
Массовая доля механических примесей %	0,0104	2,5%
Массовая концентрация хлоридов солей (по методу А) мг/дм <sup>3</sup>	19,24	3%
Массовая концентрация хлоридов солей (по методу В) мг/дм <sup>3</sup>	19,24	3%

**Отличительные характеристики:** Материал ГСО представляет собой стандартное средство измерения.

**Методы измерения:** Методы измерения при установлении метрологических характеристик стандартного образца: ГОСТ 1 2477-45, ASTM D 4377-93а, ГОСТ 1 21534-74, ГОСТ 1 4370-83, стандарт аттестации - межлабораторная сравнительная проверка, результаты представлены в таблице:

Номер образца	Вода по ГОСТ 2477 %	Вода по ASTM D 4377 %	Механические примеси по ГОСТ 6376, %	Хлориды солей по ГОСТ 21534 (А), мг/дм <sup>3</sup>	Хлориды солей по ГОСТ 21534 (В), мг/дм <sup>3</sup>
1	0,18	0,1709	0,0092	19,73	20,17
2	0,17	0,1716	0,0115	19,10	20,17
3	0,17	0,1725	0,0115	19,42	19,16
4	0,17	0,1641	0,0099	19,10	19,73
5	0,16	0,1690	0,0092	19,16	20,80
6	0,17	0,1697	0,0115	20,17	19,73
7	0,17	0,1709	0,0115	20,17	19,10
8	0,17	0,1716	0,0099	19,16	19,42
9	0,16	0,1725	0,0115	19,73	19,10
10	0,17	0,1641	0,0115	20,80	19,16

**Утверждение о пригодности аттестованного эталонного стандартного образца производится:**

- и единицы массы (г) посредством установления при измерении **каждый** раз через измерительные цепи в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерения массы
- и единицы объема (л) посредством установления при измерении **каждый** раз через, например, пипетку, АНОВ через измерительные цепи **каждый** раз в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерения объема.

**Достоинствами являются:** Материал СО расфасован в специально подготовленные бутылки по 0,25 дм<sup>3</sup>. Бутылки имеют маркировку как по номеру партии так и по дате выпуска.

Специальная печать *Метр* С.Н. Ефремов

Лист 1 Место печати 2

**Инструкция по применению**

Стандартный образец состава нефти ГСО СТ-Н-ВХМ предназначен для контроля и измерения:

- массовой доли воды в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 2477-65, ASTM D 4377-93а;
- массовой доли механических примесей в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 6370-83;
- массовой доли хлоридов солей в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 21534-76, а также для аттестации не только выполнения измерения.

**Общие указания**

Перед вскрытием ГСО необходимо путем внешнего осмотра проверить герметичность бутылки, наличие этикетки. При повреждении бутылки или отсутствии этикетки образец ГСО не может быть использован.

**Порядок применения:**

Перед вскрытием бутылки материал ГСО тщательно перемешивают в течение 30 минут. Отбор проб на испытания проводят в следующей последовательности:

1. для определения содержания механических примесей, хлоридов солей,
2. для выполнения параллельных определений при каждом испытании отбирают две пробы,
3. перед каждым последующим отбором проб на каждое испытание материал ГСО тщательно перемешивают в течение 10 минут.

ГСО используют не менее 10 часов после вскрытия бутылки. О флажке с открытой пробой хранения не подлежат. Испытания материала ГСО проводят в строгом соответствии с требованиями методики проведения испытаний. При использовании материала ГСО не должно подвергаться воздействию прямых солнечных лучей.

**Требования безопасности.**

Нефть в составе водостойкой смазки не является взрывоопасной в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76 является малоопасным продуктом и относится к 4 классу опасности.

Нефть, являющаяся материалом ГСО, относится к легковоспламеняющейся жидкости 3-го класса по ГОСТ 19433-88. Общие требования пожарной безопасности при работе с нефтью по ГОСТ 12.1.004-91. В случае возгорания принимают все средства по сдерживанию или ликвидации воздушной неопасной пара, инертные газы, водяной пар, песок, асбестовые покрытия, кошма).

Нефть, являющаяся материалом ГСО, представляет собой жидкий горючий продукт с температурой вспышки ниже 0 °С и температурой самовоспламенения выше 500 °С. Смесь паров нефти с воздухом по взрывоопасности относят к категории ПА-Т3 по ГОСТ 12.1.010-76. Предельно допустимая концентрация паров в воздушной среде производственных помещений 300 мг/м<sup>3</sup>.

При работе с нефтью принимают средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.0.11-89, ГОСТ 12.4.103-83, ГОСТ 12.4.1.11-82 и ГОСТ 12.4.112-82.

Работу с ГСО следует проводить в вытяжном шкафу при работающей приточно-вытяжной вентиляции.

**Требования к хранению и транспортированию.**

Экземпляры ГСО должны храниться в помещении при температуре от 0 °С до 30 °С в запечатанном виде и быть защищены от воздействия прямых солнечных лучей. Упаковка со стандартными образцами не должна подвергаться резким ударам, воздействию агрессивных осадков и воздействию химических веществ.

Транспортировка ГСО должна производиться в герметичной упаковке, с соблюдением требований к перевозке изделий в жидкой упаковке в таре. ГСО обладают высокой степенью транспортной опасности. На упаковке должны быть указаны на русском языке знаки "Осторожно!" и "Верх, не касаться!".

Транспортровка ГСО осуществляется по условиям, установленным для перевозки опасных грузов ("Правила перевозки грузов" 1976г., часть 2, раздел 42, § 5, приложение 1). Груз ГСО должен перевозиться на условиях, установленных для груза-вазоба-исогазоба.

При транспортировке допускается охлаждение экземпляров ГСО до -20 °С на срок не более 10 дней.

**Обработка результатов:** в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6:2002 или РМГ 76-2004

# Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

С использованием СО

$$K_{\kappa} = |\bar{X} - C| \leq K$$

$$K = \Delta_{\text{л}}$$

\*До оценки характеристик погрешности методики в лаборатории

$$* K = 1/\sqrt{2} \times \frac{R(2*r)*1.96}{2.77}$$

# КЛАССИФИКАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПО МАТРИЦЕ

**Имитатор состава и свойств объекта** – стандартный образец на стабильной основе одной матрицы, лишенной влияющих факторов на определение показателя по утвержденной методике измерений (используются чистые вещества со свойствами адекватными объекту показателями:

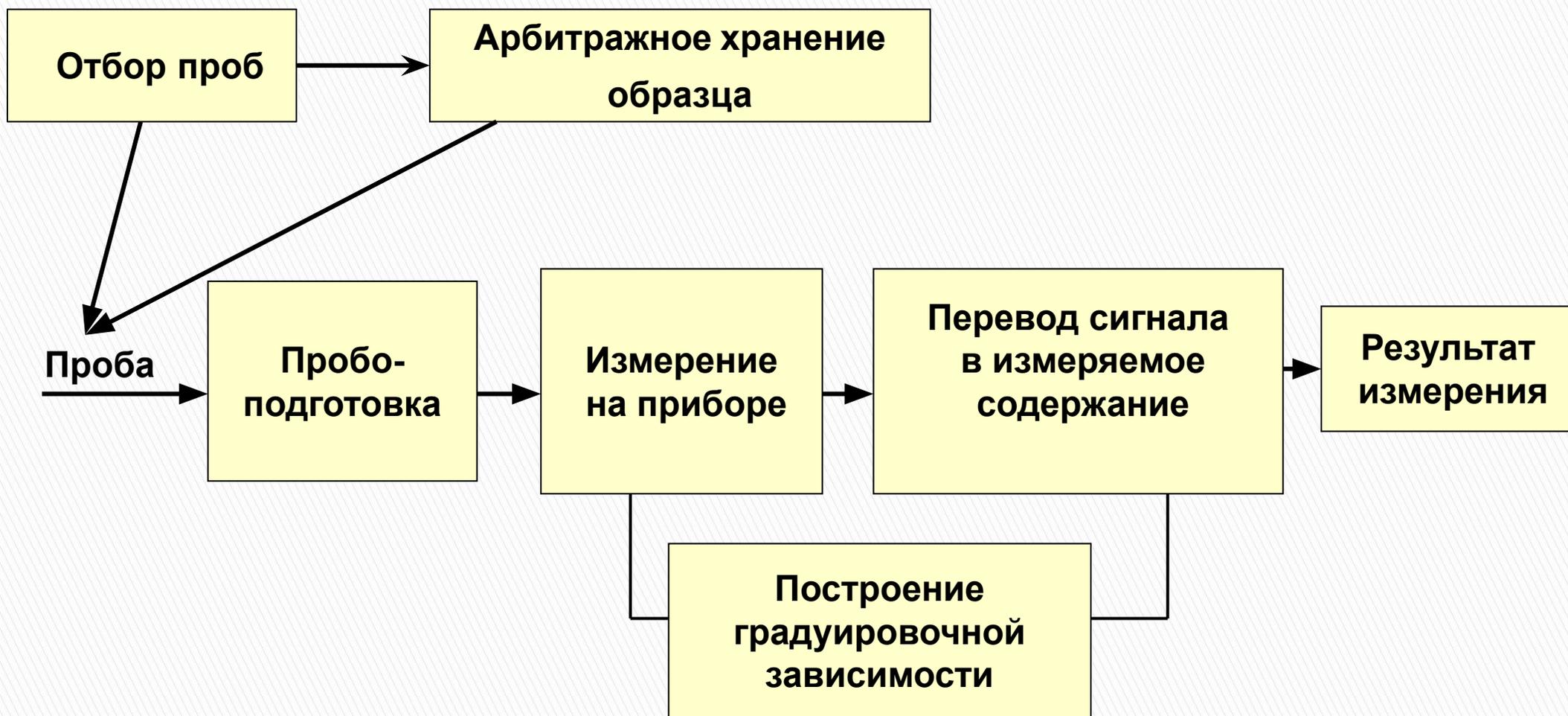
- АДНП-20 – циклогексан 21,6 кПа
- АДНП-30 – гексан 33,7 кПа
- АДНП-40 – ацетон 42,9 кПа
- АДНП-60 – 2-хлор-2-метилпропан 62,4 кПа
- ПЛ-730-ЭК – н-декан 730,2 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-810-ЭК – бутанол-1 809,6-814,3 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-850-ЭК - 2-хлор-2-метилпропан 843,3-849,1 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-870-ЭК - толуол 867,0-871,5 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-880-ЭК - о-ксилол 879,4-883,8 кг/м<sup>3</sup>
- РЭВ-20 - трансформаторное масло (является ньютоновской жидкостью) 17,29 мм<sup>2</sup>/с
- РЭВ-10 - осветительный керосин по ГОСТ 4753 (является ньютоновской жидкостью) 11,32 мм<sup>2</sup>/с

или масло (трансформаторное или «белое» с добавками механических примесей, хлорид-ионов, воды в виде устойчивой эмульсии, серосодержащих веществ).

Все эти вещества очень далеки от матрицы нефть

**Стандартный образец на естественной основе** – стандартный образец на основе матрицы, максимально приближенной к составу и свойствам определяемого объекта (используется нефть, газовый конденсат, бензин, дизельное топливо, конкретные масла).

# ИСПЫТАНИЕ ПРОБЫ НЕФТИ ИЛИ НЕФТЕПРОДУКТА ПРОИСХОДИТ ПО СХЕМЕ



# Погрешность измерений на этапах испытаний объекта

## НА МАТРИЧНОЙ ОСНОВЕ: нефть, нефтепродукты, газовый конденсат

- отбор проб  
 $\Delta_{1.1}$ ,  $\Delta_{1.2}$     да
- достижение внутриэкземплярной однородности  
 $\Delta_{2.1}$ ,  $\Delta_{2.2}$     да
- отбор аликвоты  
 $\Delta_{3.1}$ ,  $\Delta_{3.2}$     да
- пробоподготовка  
 $\Delta_{4.1}$ ,  $\Delta_{4.2}$     да
- извлечение действующего вещества из матрицы  
 $\Delta_{5.1}$ ,  $\Delta_{5.2}$     да
- измерение аналитических сигналов  
 $\Delta_{6.1}$ ,  $\Delta_{6.2}$     да
- расчет измерений  
 $\Delta_{7.1}$ ,  $\Delta_{7.2}$     да
- градуировка, поверка приборов  
 $\Delta_{8.1}$ ,  $\Delta_{8.2}$  – НЕТ (из-за меняющейся матрицы)

## НА ОСВОБОЖДЕННОЙ ОТ ВЛИЯЩИХ ФАКТОРОВ ОСНОВЕ: Масло, индивидуальные вещества

- отбор проб  
 $\Delta_{1.1}$ ,  $\Delta_{1.2}$  нет
- достижение внутриэкземплярной однородности  
 $\Delta_{2.1}$ ,  $\Delta_{2.2}$     нет
- отбор аликвоты  
 $\Delta_{3.1}$ ,  $\Delta_{3.2}$     нет (чаще всего на 1 измерение или проба однородная)
- пробоподготовка  
 $\Delta_{4.1}$ ,  $\Delta_{4.2}$  нет
- извлечение действующего вещества из матрицы  
 $\Delta_{5.1}$ ,  $\Delta_{5.2}$  нет
- измерение аналитических сигналов  
 $\Delta_{6.1}$ ,  $\Delta_{6.2}$     да
- расчет измерений  
 $\Delta_{7.1}$ ,  $\Delta_{7.2}$     да
- градуировка, поверка приборов  
 $\Delta_{8.1}$ ,  $\Delta_{8.2}$     да

# ПРИМЕНИМОСТЬ СО

НА МАТРИЧНОЙ ОСНОВЕ:  
нефть, нефтепродукты, газовый  
конденсат

НА ОСВОБОЖДЕННОЙ ОТ  
ВЛИЯЩИХ ФАКТОРОВ ОСНОВЕ:  
Масло, индивидуальные вещества

- Не применимы для поверки и градуировки приборов по Государственной поверочной схеме (не прописаны в этой схеме, меняющаяся матрица).

- Не применимы для внутрилабораторного контроля из-за заниженной неопределенности измерений, не охватывающих большую часть стадий измерений.

Функцией лаборатории является обеспечение аналитической информацией о продукции, заявленной в области деятельности лаборатории.

Аналитическая информация должна быть достоверной, а значит все методы испытаний (измерений) должны быть проведены с определенной в методике точностью.

Проверка точности измерений проводится с помощью стандартных образцов. При этом лаборатория должна воспроизводить аттестованные значения СО, утвержденных типов любых производителей.

## ОСОБЕННОСТИ ПРОИЗВОДСТВА ГСО

- Приоритетным направлением деятельности ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб» является производство ГСО на естественной основе.
- В качестве объекта для производства ГСО используется только натуральная матрица (ассортимент матриц).
- Образцы предназначены для параллельных определений показателя для всех заданных диапазонов методики. Достигается это путем смешивания матриц разного состава и свойств или внесением добавок компонентов, присутствующих в матрице в естественном виде и описание условий достижения внутриэкземплярной однородности.

# ОСОБЕННОСТЬ АТТЕСТАЦИИ ГСО НА ЕСТЕСТВЕННОЙ ОСНОВЕ

- Методики испытаний нефти и нефтепродуктов относят к эмпирическим, то есть к методикам, результаты измерений по которым получают в условных единицах применительно к используемому методу измерений.
- Для таких методик в качестве опорного значения используют математическое ожидание результатов множества измерений.
- Результаты измерений должны быть прослеживаемы только к их общему среднему, полученному по результатам измерений по данной методике для большого числа лабораторий. В связи с этим расчет аттестованного значения СО проводится путем регулярного проведения межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) в аккредитованных лабораториях, желательно удаленных регионально друг от друга (с целью исключения сверок полученных результатов).

**Р 50.2.061 ОБЩИЕ КРИТЕРИИ КОМПЕТЕНТНОСТИ  
ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ  
ПРЕДПОЛАГАЕТ ДЕЛЕГИРОВАНИЕ ЧАСТИ РАБОТ ПО  
ПРОИЗВОДСТВУ СО СОИСПОЛНИТЕЛЮ**

**▪ производитель СО**

(ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб»): Технически компетентная организация, полностью отвечающая за аттестацию СО, которые она производит и поставляет потребителям.

**▪ соисполнитель СО (соисполнитель)** (рейтинговые лаборатории участники МСИ): Технически компетентная организация, которую производитель СО привлекает для выполнения определенных этапов производства СО.

# ОСОБЕННОСТЬ АТТЕСТАЦИИ ГСО НА ЕСТЕСТВЕННОЙ ОСНОВЕ

- Лаборатории, участники межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ) разрабатываемых и производимых СО должны быть достаточно квалифицированными.
- Для этих целей отбираются лаборатории высокого рейтинга по итогам МСИ прошлого периода.
- Заключено более 75 договоров с лабораториями нефтяных и нефтепродуктовых компаний от Санкт-Петербурга до Дальнего Востока, включая страны СНГ – Казахстан, Киргизия.

# ПРОБЛЕМЫ РЕАЛИЗАЦИИ ГСО

- Отсутствие национального стандарта на газовый конденсат.
- Недостаточная квалификация сотрудников УМТС приводящая к несоответствию заказанной и отгруженной продукции в соответствии с заявкой Заказчика
  - Заказ СО производится в мл!, а не в штуках,
  - Не учитываются пожелания лабораторий на предмет замены СО производства одной фирмы на другую,
  - Незнание номенклатуры и назначения СО,
  - Неправильная идентификация СО при приеме (сопоставление диапазона СО аттестованному значению), отсюда и распределение СО подразделениям
- Недостаточный опыт применения лабораториями образцов на естественной основе.
- Несоблюдение транспортными компаниями условий перевозки.
- Разночтения в методиках измерений нефти и нефтепродуктов.

\*Подробно на этом вопросе остановимся при рассмотрении типов СО на отдельные показатели.

## Особенности упаковки СО фирмами производителями ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб»

Фирмы, имея многолетний опыт отгрузок СО во все регионы России и страны СНГ придерживаются отработанного порядка отгрузок:

1. Образцы комплектов СО, состоящих из 2 бутылок упаковываются в сетку, для предотвращения разукomплектования образца.
2. Экземпляры СО упаковываются в картонную коробку, на верхней крышке которой наносится фломастером маркировка наименования, № партии и количества отгруженного образца. Например СТ-Н-ВХМ п. 12 10 шт.
3. Коробку и ящик, куда помещаются документы, маркируют фломастером «Документы или Паспорта»
4. СО в картонных коробках проложены упаковочным материалом, во избежание контакта экземпляров между собой.
5. Картонные коробки упакованы в деревянные ящики, на которые наносится маркировка предприятия Заказчика и конкретного Заказчика СО (лаборатории, подразделения и т.д.), знаки особых условий транспортировки.
6. Ящик с документами также маркируется «Документы».
7. Каждый экземпляр СО сопровождается паспортом.
8. В комплект документов входит упаковочный лист.

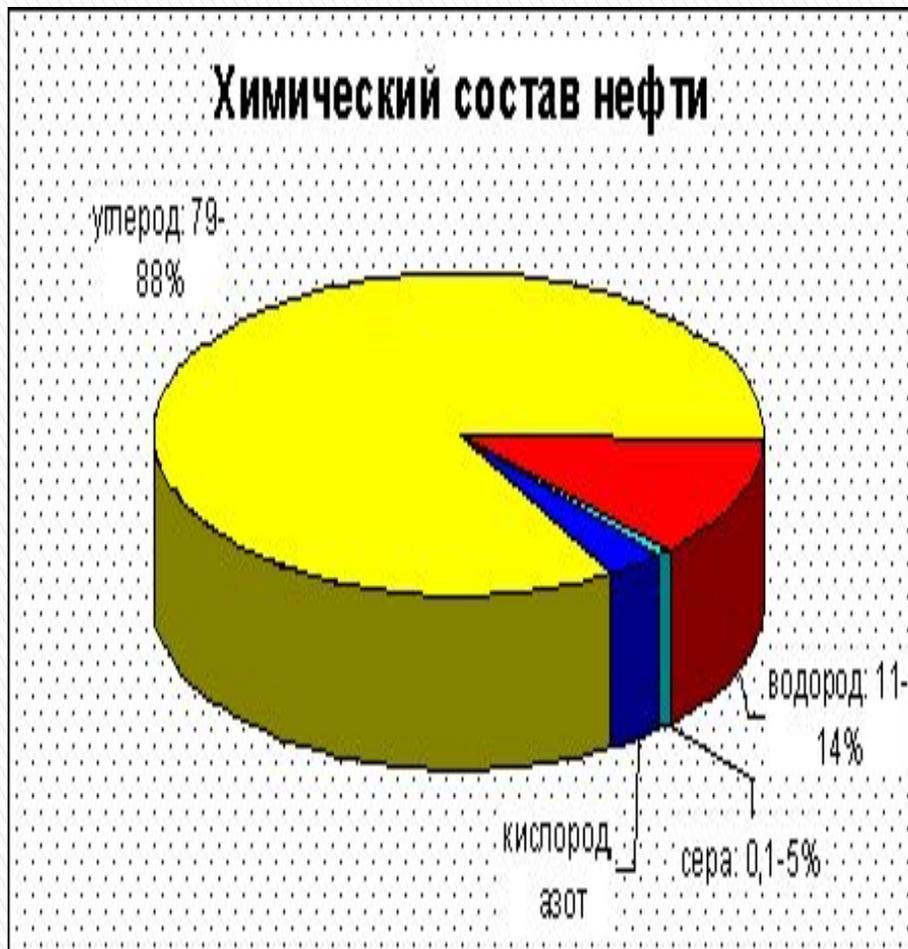
# ПОРЯДОК ПОДАЧИ РЕКЛАМАЦИЙ

- Претензии по оформлению бухгалтерских документов (счет, счет-фактура, накладная) адресовать менеджерам лаборатории производства СО – Чуклиной Марине Петровне и Каминской Александре Валентиновне
- тел/факс (3452) 49-66-67, E-mail GSO@SERVOLAB72.RU, GSO@STHIM72.RU,
- Все претензии по не качественной отгрузке просим отправлять по электронной почте Дмитрию Анатольевичу Шут или Ирине Владимировне Шут:
- Тел/факс 3452-496932 , E-mail GSO@SERVOLAB72.RU, GSO@STHIM72.RU
- Все претензии по качеству СО адресовать Ельдецовой Светлане Никифоровне по тем же адресам.
- Данные рекламации должны быть оформлены в таблицу:

Наименование СО	Дата выработки	Наименование показателя, применяемое оборудование, его прослеживаемость	Аттестованное значение	Полученный результат	Характеристики метода	Проверка применимости СО	Исполнитель дата

- Число значений представленных в рекламации должно быть не менее 3.
- На рекламации достаточно подписи лица ответственного за приемку товара или начальника лаборатории.

# Влияние свойств нефти на процесс переработки и на качество получаемых нефтепродуктов



Нефть - это смесь разнообразных углеводородных соединений. Нефть из различных скважин может значительно отличаться по химическому и фракционному составу.

При оценке пригодности нефти для переработки на нефтеперерабатывающих установках с целью получения товарных нефтепродуктов необходимо учитывать свойства нефти. Наиболее важными с практической точки зрения свойствами являются следующие:

- Содержание воды
- Содержание хлористых солей
- Содержание механических примесей
- Плотность
- Кинематическая вязкость
- Содержание серы
- Давления насыщенных паров
- Фракционный состав
- Содержание парафинов
- Содержание хлорорганических соединений
- Содержание меркаптанов и сероводорода

Параметры 4,5,6,8,9 важны для получения нефтепродуктов, регламентированного качества.

Параметры 1,2,3,7,10,11 важны для нормальной и длительной эксплуатации установки по переработке нефти.

# ПЕРВЫЕ КОМПЛЕКСНЫЕ СО

- В связи с тем, что реально добываемая и транспортируемая нефть это сложный по составу объект, а содержание балластных веществ напрямую влияет на ее стоимость .
- В 1998 году, появились 3 комплексных СО нефти на естественной основе  
ССН-1 , ССН-2, ССН-3 (1998-2003 гг.).
- СО имели узкий диапазон определяемых показателей и использовались до 2003 года в качестве образцов для контроля при инспекционном контроле нефтяных лабораторий.
- С выходом в 2002 году серии ГОСТ Р ИСО 5725, прописавшим правила внутрилабораторного контроля, дальнейшее развитие деятельности в этом направлении предполагало расширение диапазонов СО, корректировку объема образца, способа аттестации и допускаемой погрешности аттестованного значения.
- Разработка проводилась группой сотрудников, на сегодняшний день занимающихся производством СО в фирмах партнерах ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб».
- Так в 2007 году появились дополнительные типы СО фракционного состава, массовой доли парафина, массовой доли хлорорганических соединений и отдельных типов СО состава и свойств нефти (всего 10 типов).
- С 2008 года началась разработка СО в фирмах ООО «Серволаб» и ЗАО «Сибтехнология»  
На сегодняшний день фирмами разработано 47 типов,  
**из них 16 типам аналогов в России нет.**

# Линейка КОМПЛЕКСНЫХ СО состава и свойств нефти на ЕСТЕСТВЕННОЙ основе

Аттестованное значение устанавливается посредством МСИ, образец рассчитан на выполнение параллельных определений каждого показателя

**ГСО 9273-2008**  
**СТ-Н-ВХМ** состава нефти  
(содержание воды, хлористых солей,  
механических примесей)

**Аналога нет ГСО 9020-2008**  
**Н-Б** состава нефти  
(содержание воды, хлористых солей,  
механических примесей и серы)

**МСО 1579:2009**

**МСО 1555:2009**

по ГОСТ 2477-65, ASTM D 4377-93а; ГОСТ 21534-76; ГОСТ 6370-83; ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ 1437-75



Для достижения внутриэкземплярной однородности рекомендуется пробу тщательно перемешать в течение 30 мин.  
После вскрытия СО используется согласно ГОСТ на любой из перечисленных методов в строгом соответствии с прописью методики проведения испытаний. С каждой частью проводятся испытания согласно методике измерений.

При проведении испытаний на все три показателя, после перемешивания проба сначала отбирается на:

1. массовую долю механических примесей в нефти по ГОСТ 6370-83;
2. затем на массовую доли воды в нефти и по ГОСТ 2477-65
3. затем на массовую концентрацию хлористых солей в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 21534-76.

При проведении испытаний на все три показателя, после перемешивания проба сначала отбирается на:

1. массовую долю механических примесей в нефти по ГОСТ 6370-83;
2. затем на массовую доли воды в нефти и по ГОСТ 2477-65
3. затем на массовую концентрацию хлористых солей в нефти и нефтепродуктах по ГОСТ 21534-76,
4. затем на массовую долю серы по ГОСТ Р 51947-2002 (при массовой доле воды до 0,5%) или ГОСТ 1437-75 (во всем интервале измерения серы)



# СТ-Н-ВХМ

# Н-Б

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемой относительной погрешность СО при P=0,95, %
Массовая доля воды, %	Свыше 0,03 до 0,3 вкл.	±30 (0,03-0,1) ±10 (0,1-0,3)
	Свыше 0,3 до 1,0 вкл.	±5
	Свыше 1,0 до 10,0 вкл.	±0,5
Массовая доля механических примесей, %	От 0,003 до 0,01 вкл.	± 12
	Свыше 0,01 до 0,1 вкл.	± 2,5
	Свыше 0,1 до 1,0 вкл.	±0,5
Массовая концентрация хлористых солей, мг/дм <sup>3</sup>	От 2 до 10 вкл.	± 7
	Свыше 10 до 50 вкл.	± 3
	Свыше 50 до 200 вкл.	± 1,5
	Свыше 200 до 1000 вкл.	± 1,2

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых значений	Границы допускаемой относительной погрешность СО при P=0,95, %
Массовая доля воды, %	Свыше 0,03 до 0,3 вкл.	±30 (0,03-0,1) ±10 (0,1-0,3)
	Свыше 0,3 до 1,0 вкл.	±5
	Свыше 1,0 до 10,0 вкл.	±0,5
Массовая доля механических примесей, %	От 0,003 до 0,01 вкл.	± 12
	Свыше 0,01 до 0,1 вкл.	± 2,5
	Свыше 0,1 до 1,0 вкл.	±0,5
Массовая доля серы, %	От 0,05 до 1,0 вкл.	± 5
	Свыше 1,0 до 2,0 вкл.	± 3
	Свыше 2,0 до 5,0 вкл.	± 2,3
Массовая концентрация хлористых солей, мг/дм <sup>3</sup>	От 2 до 10 вкл.	± 7
	Свыше 10 до 50 вкл.	± 3
	Свыше 50 до 200 вкл.	± 1,5
	Свыше 200 до 1000 вкл.	± 1,2

Диапазоны содержания массовой доли воды связаны с разной ценой деления АКОВ (на 10 см<sup>3</sup>), общепринятый при испытаниях нефти по методу Дина-Старка (от 0 до 0,3 – 0,03 см<sup>3</sup>, от 0,3 до 1,0 – 0,1 см<sup>3</sup>, от 1,0 до 10,0 – 0,2 см<sup>3</sup>).

Диапазоны содержания массовой доли механических примесей, серы (в Н-Б) и массовой концентрации серы соответствуют таковым в методиках измерений.

Заказ СО производится в соответствии с указанными диапазонами.

**Например: СТ-Н-ВХМ со значениями: воды (0,03 до 0,3), хлористых солей (2 до 10), мех. примесей (0,003 до 0,01)**

# Линейка КОМПЛЕКСНЫХ СО

## состава и свойств нефти на ЕСТЕСТВЕННОЙ основе

### Аттестованное значение устанавливается посредством МСИ

<b>Аналога нет</b> <b>ГСО 9022-2008</b> <b>Н-ПВ (плотность, вязкость)</b>	<b>ГСО 9273-2008</b> <b>СТ-Н-ПВС (плотность, вязкость, сера)</b>
<b>МСО 1557:2009</b>	<b>МСО 1580:2009</b>
по ГОСТ 3900-85, ГОСТ Р 51069-97, ASTM 5002-89, ASTM 1298-85, ГОСТ Р 8.599-2003, ГОСТ 33-2000; ГОСТ 1437-75, ГОСТ Р 51947-2002	



- ▣ Перед вскрытием бутылки материал СО тщательно перемешивают в течение 10 минут.
- ▣ Отбор проб на испытания проводят в следующей последовательности:
  - ▣ 1. Сначала для определения параллельных определений вязкости, для выполнения параллельных определений при каждом испытании отбирают пробы из различных экземпляров СО, отбор в вискозиметры (количество определяется числом мест в термостате) производят одномоментное заполнение вискозиметров (не более 2 мин) из порции образца, помещенной в стаканчик, остатки из стаканчика выливаются в слив.
  - ▣ 2. Затем для определения плотности ареометрами АНТ-1 и АНТ-2, результаты представляются с указанием средства измерения.



- ▣ 3. Затем определения серы (с перемешиванием 10 мин и без перемешивания, как указано в инструкции).

## Н-ПВ СО свойств нефти

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Плотность при 15 °С, г/см <sup>3</sup>	0,7770 – 0,8934	±0,04
Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	0,7770 – 0,8934	±0,04
Кинематическая вязкость при 20 °С, мм <sup>2</sup> /с	2 - 100	±0,4

## СТ-Н-ПВС состава и свойств нефти

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Плотность при 15 °С, г/см <sup>3</sup>	0,7770 – 0,8934	± 0,04
Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	0,7770 – 0,8934	±0,04
Кинематическая вязкость при 20 °С, мм <sup>2</sup> /с	2 - 100	±0,4
Массовая доля серы, %	От 0,1 до 1,0 вкл.	±5
	Свыше 1,0 до 2,0 вкл.	±3
	Свыше 2,0 до 5,0 вкл.	±2,3

□У показателей этих типов СО, за исключением серы отсутствуют диапазоны измерений, однако ареометры АНТ-2 имеют шкалу измерений. Заказ СО может быть установлен в соответствии с этой шкалой.

□ГОСТ 33-2000. Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости ..... термин "нефть" отсутствует, в связи с этим применять характеристики погрешности приписанные «другим нефтепродуктам» как минимум не корректно!

□Единственно, что принято во внимание при расчете допустимых характеристик СО – это показатель воспроизводимости между двумя вискозиметрами.

# Фракционный состав нефти

- Фракционный состав определяется при лабораторной перегонке, в процессе которой при постепенно повышающейся температуре из нефти отгоняют фракции, отличающиеся друг от друга пределами выкипания.
- Каждая из фракций характеризуется температурами начала и конца кипения.  
Как правило, сырая нефть содержит следующие фракции:
  - Температура кипения фракции
  - выше 430°C Мазут
  - 230-430°C Газойль (объем отгона при 300°C)
  - 160-230°C Керосин (объем отгона при 200°C)
  - 105-160°C Нафта
  - 32-105°C Бензин
  - менее 32°C Углеводородные газы
- Фракция, выкипающая выше 350°C является остатком после отбора светлых дистиллятов и называется мазутом.
- Различные нефти сильно отличаются по составу. В легкой нефти обычно больше бензина, нафты и керосина, в тяжелых - газойля и мазута.
- Наиболее распространены нефти с содержанием бензина 20-30%.
- Наиболее предпочтительны для переработки на НПУ нефти с содержанием светлых фракций не менее 60%. Нефти с меньшим содержанием светлых содержат большое количество парафинов, которые ухудшают качество дизельного топлива.
- Если нефть содержит недостаточное количество светлых фракций, ее переработка возможна при смешении с газовым конденсатом.

# Содержание парафинов в нефти

- В соответствии с технологической классификацией (ОСТ 38.01197.80 Нефти СССР Технологическая индексация нефти) при содержании в нефти парафинов не более 1,5 % (нефть 1 класса) гарантированно получение качественного летнего и зимнего дизельного топлива.
- При содержании в нефти парафинов от 1,5 до 6,0 % (нефть второго класса) становится маловероятным получение товарного зимнего дизельного топлива без дополнительных процедур с нефтью, например разбавление нефти газовым конденсатом, добавление специальных депрессорных присадок, которые улучшают температуру помутнения и застывания дизельного топлива.

# ЛИНЕЙКА ГСО фракционного состава и массовой доли парафина на естественной основе

нефть	газовый конденсат	нефть	бензин	реактивное топливо	нефть
ГСО 9023-2008 Н-ФСП (СО фракционного состава и массовой доли парафина в нефти (во всех диапазонах метода))	ГСО 8944-2008 ГК-ФС (СО фракционного состава газового конденсата)	ГСО 9271-2008 СТ-Н-ФС(СО фракционного состава нефти)	ГСО 9520-2010 СТ-НП-ФС1(СО фракционного состава бензина)	ГСО 9520-2010 СТ-НП-ФС2 (СО фракционного состава реактивного топлива)	ГСО 9270-2008 СТ-Н-П (СО массовой доли парафина в нефти(во всех диапазонах метода))
<b>МСО 1558:2009</b>	<b>МСО 1549:2009</b>	<b>МСО 1578:2009</b>	<b>на утверждении</b>		<b>МСО 1577:2009</b>
ГОСТ 2177-99, ГОСТ 11851-85 (метод А)	ГОСТ 2177-99			ГОСТ 11851-85 (метод А)	



# ПОРЯДОК ПРИМЕНЕНИЯ ГСО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА

Образец рассчитан на предварительный анализ по установлению параметров аппарата и на два параллельных определения показателя СО.

Перед вскрытием необходимо СО тщательно перемешать.

Видимое количество воды и механических примесей исключает возможность применения образца.

После вскрытия используется согласно ГОСТ на любой из перечисленных методов в строгом соответствии с прописью методики проведения испытаний (за исключением п. 6.2.2 ГОСТ 2177-99). При проведении испытаний, согласно ГОСТ 2177 на метод А строго соблюдать методику. При проведении испытаний, согласно ГОСТ 2177 на метод Б, выдерживаются средние диапазоны времени до падения первой капли (6-7 мин) и скорости нагрева (2-2,5 мм<sup>3</sup>/с на весь период отгонки). Нефть считать парафинистой (массовая доля парафина от 1,5% и выше ОСТ 38.01197.80) . Желательно проводить испытания при нормальном атмосферном давлении, во исключение применения поправок, искажающих аттестованные значения СО.

Аттестованные значения	Дополнительно аттестованные значения
<b>Нефть</b>	
Температура начала кипения, Температура 10% отгона , Объем отгона при 200 °С, Объем отгона при 300 °С	объемы отгона при температурах: 100, 120, 150, 160, 180, 220, 240, 260, 280 °С
<b>Газовый конденсат</b>	
Температура начала кипения, Температура 10% 50% 90% отгона Объем отгона при 200 °С и 300 °С	Температура 5% 20% 30% 40% 60% 70% 80% 95% отгона °С, Температура конца кипения °С, Остатка в колбе, %
<b>Бензин</b>	
Температура начала кипения, Температура 10% 50% 90% отгона, Температура конца кипения, Объемная доля испарившегося бензина при 70°С, 100°С, 150°С, 180°С, Объем остатка в колбе	Температура 95% 96% отгона, оС
<b>Дизельное топливо</b>	
Температура 50% 96% отгона	Температура 95% отгона
<b>ФС1</b>	
Температура начала кипения, Температура 5% 10% 20% 30% 40% 50% 60% 80% 90% 95% 96% отгона, Объемная доля отгона при 70°С 100°С 150°С 180°С, Температура конца кипения, Объемная доля остатка в колбе	
<b>ФС2</b>	
Температура начала кипения, Температура 10% 50% 90% 96% 98% отгона, °С	

# ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ

- В последнее время на нефтеперерабатывающих заводах увеличилось число выхода из строя оборудования блоков предварительной гидроочистки сырья установки риформинга, гидроочистки реактивного и дизельного топлива вследствие образования хлористого водорода в процессе их гидрирования. Проверка качества в лабораториях г. Вентспилса и г. Клайпеды подтвердила наличие в экспортируемом прямогонном бензине повышенного содержания хлорорганических соединений.
- Источником повышенного содержания хлорорганических соединений в продуктах переработки нефти является перерабатываемая нефть, в которую такие соединения вовлекаются с химическими реагентами, используемыми при добыче.
- **ПРИКАЗ МИНИСТЕРСТВА ЭНЕРГЕТИКИ РФ № 294 от 18 октября 2001 г. «О ЗАПРЕЩЕНИИ ПРИМЕНЕНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ В ПРОЦЕССЕ ДОБЫЧИ НЕФТИ»**

# Линейка СО массовой доли хлорорганических соединений в нефти и нефтепродуктах

Аттестованное значение устанавливается посредством МСИ

<b>АНАЛОГА НЕТ</b> ГСО 8946-2008 ГК-ХО (массовая доля хлорорганических соединений в газовом конденсате)	ГСО 9024-2008 Н-ХО (массовая доля хлорорганических соединений в нефти)	ГСО 9263-2008 СТ-Н-ХО (массовая доля хлорорганических соединений в нефти)
<b>МСО 1551:2009</b>	<b>МСО 1559:2009</b>	<b>МСО 1570:2009</b>
<b>ГОСТ Р 52247-2004</b>		



- ▣ Образец рассчитан на получение двух отгонов нефти.
- ▣ Пробу тщательно перемешать.
- ▣ После вскрытия КО используется согласно ГОСТ Р 52247-2004.
- ▣ Аттестованное значение – массовая доля хлорорганических соединений в нефти (газовом конденсате).
- ▣ Дополнительно аттестована массовая доля хлорорганических соединений в нефти.
- ▣ Допускается неоднократное определение хлорорганических соединений в нефти.



**Не корректно применение добавки хлорбензола в нефть, так как хлорбензол образует азеотроп с водой и 75% его не извлекается при отгоне**



## **СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ЕДИНИЧНЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ НЕФТИ И ГАЗОВОГО КОНДЕНСАТА**



В связи с большими вариациями состава и свойств нефти на различных месторождениях возникла необходимость создания стандартных образцов на единичные показатели в различных диапазонах аттестованных значений.

# Содержание воды в нефти

- **Содержание воды в нефти, направляемой на НПУ, должно быть минимальным и не должно превышать 0,1-0,5% вес.**
- **При большом содержании воды в нефти, поступающей на НПУ, нарушается технологический режим работы, повышается давление в аппаратах, начинаются микровзрывы, снижается производительность ректификационной колонны и теплообменных аппаратов, а также расходуется дополнительное количество тепла на подогрев нефти.**

**Негативное влияние содержания воды в нефти также тесно связано с содержанием солей (особенно хлористых). При нагревании нефти вода растворяет хлористые соли и это при высокой температуре приводит к образованию хлористого водорода, который вызывает коррозию оборудования.**

**Вода в нефти может содержаться в чистом виде и в составе эмульсий.**
- **Чистая вода может быть отделена от нефти путем отстаивания.**
- **Водные эмульсии нефти являются чрезвычайно стойкими образованиями и могут быть разрушены только с помощью специальных методов, например, при обработке на электродигидраторах.**

# Линейка ГСО массовой доли воды

газовый конденсат	нефть	нефть	Нефтепродукты (однородная суспензия водного раствора ПАВ в трансформаторном масле по ГОСТ 982-80)
<b>Аналога нет</b> ГСО 8947-2008 ГК-МВ	ГСО 9087-2008 Н-МВ	ГСО 9266-2008 СТ-Н-В	ГСО 9324-2009 СТ-НП-В
<b>МСО 1552:2009</b>	на этапе экспертизы	<b>МСО 1573:2009</b>	на этапе экспертизы
<b>Аттестованное значение устанавливается посредством МСИ по ГОСТ 2477-65, ASTM D 4377-93a</b>			



# ГОСТ 2477-65 массовая доля воды в нефти

## вопрос

- В соответствии с п. 3.4. (четвертый абзац) ГОСТ 2477-65, "записывают объем воды, собравшийся в приемнике – ловушке, с точностью до одного верхнего деления, занимаемой водой части приемника – ловушки", даже если он занимает меньше половины деления. При содержании воды более 1%, и цене деления приемника – ловушки 0,2 см<sup>3</sup>, такое снятие показаний приводит к выходу за предел предупреждения (предел повторяемости по п. 4.4.1.  $r=0,1$  см<sup>3</sup>, предел воспроизводимости по п.4.2.2.  $R=0,2$  см<sup>3</sup>).
- п.4.2. "Результат испытания округляют с точностью до 0,1 %". Однако содержание воды в товарной нефти нередко составляет менее 0,1 %. Таким образом, при реальном содержании воды 0,031% с учетом снятия показаний "с точностью до одного верхнего деления" (0,06) и округлении результата получаем содержание воды по данному методу равным 0,1 %. Исходя из изложенного выше, как бы не изменялось реальное содержание воды в диапазоне (свыше 0,03 - 0,14 )% результат измерения будет один и тот же 0,1 %. В этом случае теряется смысл проведения контроля стабильности по алгоритмам ГОСТ Р ИСО 5725. Кроме того невозможно оценить показатели качества методики при ее реализации в лаборатории, т.к. среднеквадратичное отклонение внутрилабораторной прецизионности в указанном диапазоне всегда будет равно нулю.
- При низком содержании воды (менее 0,1%) приобретает актуальность содержание воды в растворителе (например, в толуоле). Паспортное содержание воды в толуоле может достигать 0,05%, что приводит к завышению результата. ГОСТ 2477-65 никак это не учитывает.

## ОТВЕТ В ASTM D 4006-81 (2000)

- Количество пробы при содержании влаги менее 1% равно 200 г.
- Т.е. относительная погрешность при прочих равных условиях ниже в 2 раза.
- проводится холостой анализ содержания воды в растворителе (ксилол), при этом количество растворителя - 400 мл.
- Типичное содержание воды в ксилоле (не в нашем, а в их) равно 0,02%. В нашем м.б. больше.
- В соответствии с требованиями ASTM необходимо проводить:
  - А) градуировку ловушки
  - При помощи микробюретки на 5 мл (по 0,05 мл воды)
  - Б) калибровку аппарата.
- Добавляется вода (сначала  $1,00 \pm 0,01$  мл, затем  $4,50 \pm 0,01$  мл) непосредственно в дистилляционную колбу, после дистилляции количество воды в ловушке должны быть  $1,00 \pm 0,025$  мл и  $4,50 \pm 0,025$  мл
- По ASTM D 4006 используются ловушки объемом  $5 \text{ см}^3$ , с ценой деления  $0,05 \text{ см}^3$ . Результаты фиксируются с точностью  $0,025 \text{ см}^3$
- Для предотвращения потерь влаги аппараты должны ежедневно очищаться от пленочных загрязнений
- У нас в повседневной практике –металлическая проволочка, стеклянная палочка
- Вверху холодильника – осушитель для предотвращения потерь влаги и конденсации из воздуха. По ASTM предпочтительнее использовать окрашенный осушитель.
- А у нас? Осушитель будет мешать стряхиванию воды стеклянной палочкой, поэтому он неудобен
- Значения, выходящие за допустимые пределы, говорят о:
  - утечках при испарении
  - слишком интенсивном кипении
  - неточностях при градуировке ловушек
  - попадании влаги снаружи
- Все эти моменты могут быть выявлены только при выполнении калибровки аппарата (обсуждалось выше)
- По ASTM нагрев в начальной стадии анализа проводят осторожно, в течение 0,5 – 1 часа, для предотвращения потерь воды при испытаниях
- По ASTM перегонку прекращают, если в течение 5 мин не происходит увеличение объема воды в ловушке. Если в холодильнике наблюдается вода, ее смывают ксилолом из промывалки. В крайнем случае – используют скребСО из TFE (разновидность тефлона),  
**но не стеклянную палочку и не проволоку!!**

# Предложение разработчиков ЗАО «Сибтехнология»

1. Предложить разработчикам (ВНИИ НП) ввести в ТУ на нефть более точный метод определения воды по Фишеру ГОСТ Р 54284-2010 «Нефти сырые. Определение воды кулонометрическим титрованием по Фишеру», позволяющий определять содержание воды от 0,02 до 5% с установленной воспроизводимостью.
2. В ГОСТ 2477-65 хотелось бы видеть, четко обозначенным округление содержания количества воды. Например, если сконденсированная вода в ловушке находится до половинной границы от одного деления до другого, то округляют в меньшую сторону и наоборот. Для этого необходимо, чтобы на ловушке проставлялась заводом-изготовителем серединная метка, более меньшего размера, чем основные деления.
3. Содержание воды в растворителе тоже должно учитываться. Хотелось бы видеть прописанным в ГОСТ 2477-65 процедуру определения воды в растворителе и затем вычитание объема этой воды из полученного результата испытания.
4. Говоря о приписанных характеристиках метода, вопрос необходимо ставить таким образом: что если содержание воды в нефти составляет до 0,5 % , то повторяемость результатов двух параллельных (последовательных) определений не должна отличаться более чем на 0,05 %. Свыше 0,5 до 1 % - 0,1 % соответственно. Далее по тексту ГОСТ 2477-65 пункты 4.4.1., 4.4.2.
5. п. 4.1. (примечание) разъясняет и упрощает процедуру расчета содержания воды в исследуемой нефти.
6. **Пункт 2.4 ГОСТ 2477-65 предлагает уменьшать количество образца для испытания при использовании ловушки со шкалой  $10 \text{ см}^3$  так, чтобы объем воды в приемнике-ловушке не превышал  $10 \text{ см}^3$ .**  
Каким образом узнать, что в испытуемом образце воды больше чем  $10 \text{ см}^3$ ? На наш взгляд, данный пункт из ГОСТ 2477-65 должен быть исключен, так как даже если и допустить, что ожидаемая вода в продукте больше, чем  $10 \text{ см}^3$ , то при разделении на равные части не исключается возможность того, что в этих разделенных частях будет иметь одинаковое содержание воды, так как вода имеет свойство быстро осаждаться после того, когда продукт перемешен и разливается на одинаковые части.

**Для достижения внутриэкземплярной однородности перед делением образца на параллельные определения рекомендуется пробу тщательно перемешать в течение 30 МИН.**

### Данные из описания типов ГК-МВ, Н-МВ, СТ-Н-В

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Массовая доля воды, %	От 0,03 до 0,1 вкл.	±30
	Свыше 0,1 до 0,3 вкл.	±10
	Свыше 0,3 до 1,0 вкл.	±5
	Свыше 1,0 до 10,0 вкл.	±0,5

### Данные из описания типов ГК-МВ, Н-МВ, СТ-НП-В

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Массовая доля воды, %	От 0,03 до 0,10 вкл.	±30
	Свыше 0,1 до 0,3 вкл.	±10
	Свыше 0,3 до 1,0 вкл.	±5
	Свыше 1,0 до 2,0 вкл.	±4

## Содержание солей в нефти

- Присутствие в нефти солей, особенно хлористых, и воды приводит в результате нагрева к сильной коррозии оборудования НПУ. Поэтому содержание солей в нефти не должно превышать 5-20 мг/л. При более высоком содержании солей в нефти срок службы оборудования значительно снижается.

Для снижения концентрации солей в нефти на промыслах и на больших перерабатывающих заводах используют специальные процессы обессоливания нефти.

## Линейка ГСО массовой концентрации хлористых солей

газовый конденсат	нефть	нефть	Нефтепродукты (трансформаторное масло с добавкой хлорида лития в октаноле)
ГСО 8949-2008 ГК-ХС	ГСО 9084-2008 Н-ХС	ГСО 9264-2008 СТ-Н-ХС	ГСО 9324-2009 СТ-НП-ХС
<b>МСО 1554:2009</b>	на этапе экспертизы	<b>МСО 1571:2009</b>	на этапе экспертизы

ГОСТ 21534-76 устанавливает два метода определения хлористых солей нефти:

А — титрованием водного экстракта; Б — неводным потенциометрическим титрованием для анализа нефтей, для которых имеется скачок потенциала в эквивалентной точке (при массовой концентрации хлористых солей свыше 10 мг/дм<sup>3</sup>).



# ГОСТ 21534-76. Нефть. Методы определения хлористых солей

□ Конечную точку титрования хлористых солей нитратом ртути в присутствии индикатора дифенилкарбазида от бесцветной окраски "до появления слабо розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 минуты" в соответствии с п.1.4.5. определить трудно. Чаще всего наблюдается перетитровка водных вытяжек.

□ В п. 1.6. недостаточно информации о точности метода. Даны только характеристики повторяемости.

- **Конечная точка определяется просто. Для этого нужно минимизировать субъективный фактор (следующий слайд)**  
да, действительно, конечную точку титрования хлористых солей нитратом ртути в присутствии индикатора дифенилкарбазида от бесцветной окраски до слабо-розовой определить трудно. Чаще всего наблюдается перетитровка водных вытяжек. При использовании импортных индикаторов, цвет вообще не слабо-розовый, а слабо фиолетовый. Так как титрование производится в присутствии представителей заказчика, то спор о цвете возникает постоянно. Одному кажется, что уже достаточно, другому – раствор еще бесцветный. Это приводит к тому, что перетитрованный раствор в течении 1 минуты и последующего времени цвет сохраняет.  
при использовании водного раствора дезэмульгатора тоже наблюдается некоторое увеличение содержания хлористых солей. Также возникают вопросы при приготовлении водного раствора дезэмульгатора в следствии его взаимодействия с водой. При разбавлении водой раствор приобретает молочный цвет.  
Пример кривой титрования с использованием титратора 1



1-й этап – окраска раствора отсутствует

2-й этап – окраска не исчезает в течение 1 мин

*Дополнительный вопрос: пункт 1.6. ГОСТ 21534-76 в точности метода указывает только повторяемость результатов двух определений. Почему не указывается воспроизводимость метода? Ведь этот показатель, как правило, гораздо больше, чем показатель повторяемости. Соответственно и показатель погрешности метода тоже должен быть больше. Необходимо бы было предложить о введении в ГОСТ 21534-76 необходимой поправки.*

**Для достижения внутриэкземплярной однородности рекомендуется пробу тщательно перемешать в течение 30 мин.**

**Окраска рабочей пробы по методу А должна соответствовать цвету контрольной пробы.**

**Использовать деэмульгатор в случае необходимости (деэмульгаторы, способные разрушать эмульсию нефти с водой : диссольван 4411, проксанол 305(186) или ОЖК,2% водные растворы).**

### СТ-Н-ХС, Н-ХС, СТ-НП-ХС

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемой относительной погрешности при P=0,95
Массовая концентрация хлористых солей, мг/дм <sup>3</sup>	От 2 до 10 вкл.	± 7
	Свыше 10 до 50 вкл.	± 3
	Свыше 50 до 200 вкл.	± 1,5
	Свыше 200 до 1000 вкл.	± 1,2

### ГК-ХС

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Границы допускаемой относительной погрешности при P=0,95
Массовая концентрация хлористых солей, мг/дм <sup>3</sup>	От 2 до 10 вкл .	± 7 %
	Свыше 10 до 50 вкл.	± 3 %

## **ГОСТ 6370-83 НЕФТЬ, НЕФТЕПРОДУКТЫ И ПРИСАДКИ**

### **Содержание механических примесей**

- ▣ Присутствие механических примесей объясняется условиями залегания нефтей и способами их добычи.
- ▣ Механические примеси нефти состоят из взвешенных в ней высокодисперсных частиц песка, глины и других твердых пород, которые, адсорбируясь на поверхности глобул воды, способствуют стабилизации нефтяной эмульсии. При перегонке нефтей примеси могут частично оседать на стенках труб, аппаратуры и трубчатых печей, что приводит к ускорению процесса износа аппаратуры.
- ▣ В отстойниках, резервуарах и трубах при подогреве нефти часть высокодисперсных механических примесей коагулирует, выпадает на дно и отлагается на стенках, образуя слой грязи и твердого осадка. При этом уменьшается производительность аппаратов, а при отложении осадка на стенках труб уменьшается их теплопроводность.
- ▣ **Содержание механических примесей и воды в маслах** приводит к повышенному изнашиванию трущихся деталей и интенсивному нагарообразованию. Кроме того, присутствие механических примесей в масле искажает результаты анализа по определению содержания кокса и золы.

## Линейка СО массовой концентрации хлористых солей

газовый конденсат	нефть	нефть	Нефтепродукты (трансформаторное масло по ГОСТ 982-80, в которое в добавлен тонкоизмельченный кварцевый песок)
ГСО 8945-2008 ГК-МП	ГСО 9086-2008 Н-МП	ГСО 9268-2008 СТ-Н-МП	ГСО 9326-2009 СТ-НП-МП
<b>МСО 1550:2009</b>	на этапе экспертизы	<b>МСО 1578-2009</b>	на этапе экспертизы
ГОСТ 6370-83			



# ГОСТ 6370-83. Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей.

## вопрос

## ответ

- В соответствии с ГОСТ 6370-83 п.2.5. "При необходимости фильтр промывают 50 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды, нагретой до температуры 80 °С". Однако не определен термин "при необходимости". При малом содержании механических примесей в анализируемой пробе нефти невыполнение этого пункта нередко приводит к занижению результата испытаний.
- п.3.2. "остаток на стакане смывают на фильтр чистым бензином (толуолом) до тех пор, пока капля фильтрата, помещенная на фильтровальную бумагу, не будет оставлять масляного пятна после испарения. Остатки нефтепродукта или твердые примеси, приставшие к стенкам стакана, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр горячим чистым бензином (толуолом), нагретым до 40 С (80 °С)." В случае, если механические примеси представляют собой глиноземные взвеси, приставшие к стенкам стакана, применение стеклянной палочки не помогает. В ГОСТ 6370-83 однозначно не прописана необходимость полного смыва механических примесей со стакана.
- п.2.1. "Пробу нефтепродукта хорошо перемешивают вручную встряхиванием в течение 5 мин в емкости, заполненной не более 3/4 ее вместимости". Однако при испытаниях проб, снятых с арбитражного хранения или ГСО в течение времени недостаточного

ASTM D 4807

Оборудование:

- вакуумный насос (ост. вакуум 200 мм рт.ст.)
- аппарат для фильтрования (воронка, колба для фильтрата, подложка для фильтра, крепление)
- нейлоновый фильтр (0,45 мкм)

Вопросы, возникающие при анализе по ГОСТ отпадают при рассмотрении конструкции аппарата и процедуры промывки

В ASTM приведены требования к осадку на фильтре (критерий качества промывки):

*- осадок должен быть светло-серым или желтоватым*

*(не черным или темно-коричневым)*

В ASTM не проводится промывание горячей водой.

В ASTM D 4807 определено, что проба нефти должна быть тщательно перемешана в течение 15 мин непосредственно до испытания.

Для этого используется скоростной миксер, не разбрызгивающий перемешиваемую жидкость и не аэрирующий нефть

- Образец рассчитан на выполнение двух параллельных определений.**
- 1. Для достижения внутриэкземплярной однородности рекомендуется**
  - 2. Пробу тщательно перемешать в течение 30 мин.**
  - 3. Емкость с СО, заполненной не более 3/4 ее вместимости.**
  - 4. В соответствии с ГОСТ 6370-83 п.2.5. фильтр всегда промывают 50 см<sup>3</sup> горячей дистиллированной воды, нагретой до температуры 80 °С.**
  - 5. п.3.2. остаток на стакане смывают на фильтр чистым бензином (толуолом) до тех пор, пока капля фильтрата, помещенная на фильтровальную бумагу, не будет оставлять масляного пятна после испарения.**
  - 6. Остатки нефтепродукта или твердые примеси, приставшие к стенкам стакана, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр горячим чистым бензином (толуолом), нагретым до 40 ° С (80 °С).**

### ГК-МП, СТ-Н-МП, Н-МП, СТ-НП-МП

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых Аттестованных значений СО	Границы допускаемой относительной погрешности СО при P=0,95, %
Массовая доля механических примесей, %	От 0,003 до 0,01 вкл.	±12
	Свыше 0,01 до 0,1 вкл.	±2,5
	Свыше 0,1 до 1,0 вкл.	±0,5

# Плотность

- Плотность нефти зависит от соотношения количества легкокипящих и тяжелых фракций. Как правило, в легкой нефти преобладают легкокипящие компоненты (бензиновая и дизельная фракции).

Для того, чтобы получать на нефтеперерабатывающих установках товарные топливные фракции, необходимо использовать нефть с плотностью 0,78-0,85 кг/м<sup>3</sup>. Более тяжелые нефти содержат меньшее количество светлых фракций и много парафинов, которые ухудшают качество дизельного топлива.

- Легкая нефть: 0,800-0,839
- Средняя: 0,840-0,879
- Тяжелая: 0,880-0,920
- Очень тяжелая: более 0,920
- Плотность – характеристика свойства нефтепродукта

# Линейка КОМПЛЕКСНЫХ СО

## состава и свойств нефти на ЕСТЕСТВЕННОЙ основе

### Аттестованное значение устанавливается посредством МСИ

<b>Аналога нет</b> <b>ГСО 9022-2008</b> <b>Н-ПВ (плотность, вязкость)</b>	<b>ГСО 9273-2008</b> <b>СТ-Н-ПВС (плотность, вязкость, сера)</b>
<b>МСО 1557:2009</b>	<b>МСО 1580:2009</b>
по ГОСТ 3900-85, ГОСТ Р 51069-97, ASTM 5002-89, ASTM 1298-85, ГОСТ Р 8.599-2003, ГОСТ 33-2000; ГОСТ 1437-75, ГОСТ Р 51947-2002	



- ▣ Перед вскрытием бутылки материал СО тщательно перемешивают в течение 10 минут.
- ▣ Отбор проб на испытания проводят в следующей последовательности:
  - ▣ 1. Сначала для определения параллельных определений вязкости, для выполнения параллельных определений при каждом испытании отбирают пробы из различных экземпляров СО, отбор в вискозиметры (количество определяется числом мест в термостате) производят одномоментное заполнение вискозиметров (не более 2 мин) из порции образца, помещенной в стаканчик, остатки из стаканчика выливаются в слив.
  - ▣ 2. Затем для определения плотности ареометрами АНТ-1 и АНТ-2, результаты представляются с указанием средства измерения.



- ▣ 3. Затем определения серы (с перемешиванием 10 мин и без перемешивания, как указано в инструкции).

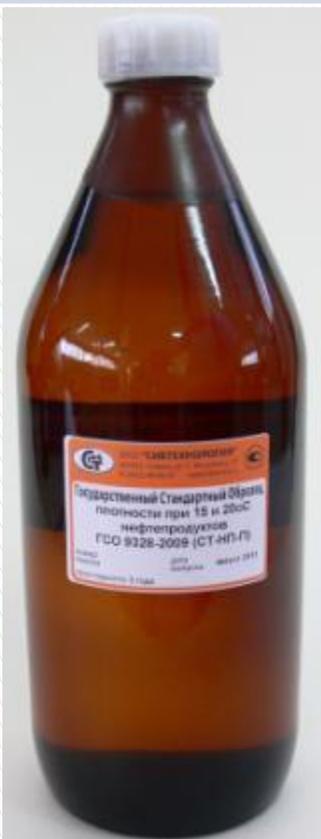
## СО плотности нефтепродуктов

### Смесь нефтепродуктов

### ГСО 9328-2009 СТ-НП-П

### На этапе экспертизы

ГОСТ 3900-85, ГОСТ Р 51069-97, ASTM 5002-89, ASTM 1298-85,  
ГОСТ Р 8.599-2003 (заменен на 8.595-2010)



### СТ-НП-П

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Плотность при 15 °С, г/см <sup>3</sup>	0,6642 – 0,8940	0,04
Плотность при 20 °С, г/см <sup>3</sup>	0,6600 – 0,8820	0,04

Образец представляет собой нефтепродукт или смесь нефтепродуктов, с заданным аттестованным значением. Свойства СО соответствуют нефтепродукту. Применим для контроля измерений плотности объекта с заданными свойствами: газовый конденсат, бензин, дизельное топливо, реактивное топливо, масла и др.

ГОСТ 3900-85. Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности.

ГОСТ Р 51069-97. Нефть и нефтепродукты. Метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API ареометром.

## Вопрос

- Таблицы приведения плотности к 20 °С в ГОСТ 3900-85 и других документов не совпадают.
- При применении ареометров типа АНТ-1 приходится применять цилиндры объемом 1 дм<sup>3</sup>, что приводит к проблеме получения параллельных измерений при работе с ГСО (максимальный объем упаковки ГСО 1,05 дм<sup>3</sup>).
- В ГОСТ Р 51069-97 и МИ 2153-2004 "считывают показания шкалы ареометра с точностью до 0,0001 г/см<sup>3</sup>", при этом ареометр имеет цену деления 0,0005 г/см<sup>3</sup>. Визуально разделить деление на пять частей очень сложно

## ASTM D 1298

Сущность метода:

образец продукта доводится до заданной температуры (15 или 20°С), переносится в цилиндр, имеющий приблизительно такую же температуру, погружается ареометр, имеющий приблизительно такую же температуру, После достижения равновесия считываются показания ареометра

В ГОСТ не придается значение времени установления равновесия !!! ( улетучивание легких фракций )

параметр	ГОСТ Р 51069	ASTM D 1298
- ДНП пробы	179 кПа и менее	101 кПа и менее

Тип образца	Характеристика образца	Перемешивание
Высоколетучая сырая нефть	ДНП по Рейду > 50 кПа.	Перемешивать в закрытом контейнере
Парафинистая сырая нефть	Т заст. > 10 °С. Нагреть до температуры на 9 °С выше Т застывания или на 3 °С выше точки потери текучести	Перемешивать в закрытом контейнере
Парафинистый дистиллят	Нагреть до температуры на 3 °С выше точки потери текучести	Перемешивать перед испытанием
Тяжелые мазуты	Нагреть до температуры испытаний	Перемешивать перед испытанием

# Вязкость нефти

- ▣ Вязкость является важнейшей физической константой, характеризующей эксплуатационные свойства котельных, дизельных топлив и других нефтепродуктов. Особенно важна эта характеристика для определения качества масленых фракций, получаемых при переработке нефти и качества стандартных смазочных масел.
- ▣ По значению вязкости судят о возможности распыления и перекачивания нефтепродуктов, при транспортировке нефти по трубопроводам, топлив в двигателях и т.д.
- ▣ Определяется структурой углеводородов, составляющих нефть и нефтепродуктов, т.е. их природой и соотношением. Среди различных групп углеводородов, наименьшую вязкость имеют парафиновые, наибольшую – нафтеновые углеводороды.
- ▣ Можно добавить, что чем больше вязкость нефтяных фракций, тем больше температура их выкипания.

# ВЯЗКОСТЬ МАСЕЛ

- ▣ **Вязкость масла** должна обеспечивать надежную смазку и минимальный износ трущихся поверхностей при всех эксплуатационных режимах. При этом роль вязкости неоднозначна: для обеспечения несущей способности масляного слоя, уплотнения деталей и уменьшения расхода требуется повышенная вязкость масла; в то же время очистка трущихся деталей от продуктов окисления и прочих загрязнений, охлаждение деталей лучше обеспечиваются маловязким маслом, к тому же легче фильтруемым.
- ▣ Поэтому для смазки двигателей выбирают масло по возможности небольшой вязкости, но такое, которое надежно обеспечивало бы жидкостное трение в главных узлах даже при высокой температуре. При выборе масла учитывают также, в какой степени изменяется его вязкость при изменении температуры, так как от этого зависит степень отклонения фактического режима смазки от требуемого, а также возможность прокачки масла при низких температурах.
- ▣ Различия в *вязкостно-температурных свойствах масел* зависят от их группового углеводородного состава. Наиболее пологая кривая вязкости у масел, состоящих преимущественно из алкановых углеводородов, наиболее крутая — у масел, содержащих полициклические углеводороды. Масла на основе циклановых и ароматических углеводородов занимают промежуточное положение.
- ▣ С повышением вязкости вязкостно-температурные свойства масла ухудшаются при любом групповом составе. Отсюда возникает важный практический вывод: носителями хороших вязкостно-температурных свойств являются, как правило, маловязкие масла. Для оценки вязкостно-температурных характеристик масел используют так называемый индекс вязкости, являющийся безразмерным числом. Оценка конкретного масла по индексу вязкости основана на сравнении его вязкостно-температурных свойств с подобными же свойствами двух групп специальных масел, принятых за эталонные. При этом индекс вязкости определяют по специальной номограмме. У большинства современных масел, применяемых на судах, индекс вязкости в среднем измеряется числом 90. Пример такой номограммы дан на рис. 55.

## Линейка СО вязкости кинематической

газовый конденсат	нефть	Нефтепродукты (нефтепродукт или смесь нефтепродуктов)			
ГСО 8942-2008 ГК-В	ГСО 9267-2008 СТ-Н-ВК	ГСО 9325-2009 СТ-НП-ВК	ГСО 9517-2010 СТ-НП-ВК40 (при 40°C)	ГСО 9518-2010 СТ-НП-ВК50 (при 50°C)	ГСО 9519-2010 СТ-НП- ВК100 (при 100°C)
<b>МСО</b> <b>1547:2009</b>	<b>МСО</b> <b>1574:2009</b>	на экспертизе			
ГОСТ 33-2000					



# ГОСТ 33-2000. Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости.

## Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости.

### вопрос

- В примечании п. 1.1. ГОСТ 33-2000 указано, что вязкость значительно изменяется со скоростью сдвига, и при использовании вискозиметров с различным диаметром капилляров могут быть получены различные результаты. В стандарт также включена методика и показатели точности для остаточных жидких топлив, которые в определенных условиях проявляют свойства «неньютоновских» жидкостей.
- Ньютоновская жидкость — жидкость, вязкость которой не зависит от касательного напряжения и градиента скорости. Если отношение касательного напряжения к градиенту скорости непостоянно, жидкость не является ньютоновской.
- В ГОСТ не прописано, является ли нефть ньютоновской жидкостью или нет. А также, в ГОСТ, термин "нефть" не встречается.
- В п. 6.5. Устройство для измерения времени, дающее возможность отсчета времени до 0,1 с (или с меньшим делением) и имеющее погрешность с точностью  $\pm 0,07\%$ , когда снимают показания в интервале от 200 до 900 с. *Допускается использование секундомеров с ценой деления 0,2 с.*
- Однако механические секундомеры 2 класса точности не обеспечивают измерение с точностью  $\pm 0,07\%$  в диапазоне температур, типичном для помещений лабораторий.
- Электронные секундомеры, обеспечивающие необходимую точность, в настоящее время не имеют сертификата утверждения типа средства измерений (прежний закончил свой срок, а на новый срок продления нет).

### ASTM D 445

Определение, к какому типу жидкости принадлежит нефть – ньютоновскому или нет, может быть проведено, исходя из самого определения свойств жидкостей.

Если при использовании двух вискозиметров с капиллярами разного диаметра получаются различные значения вязкости, это однозначно говорит о том, что жидкость является

**неньютоновской.**

Для неньютоновских жидкостей в ASTM приведены данные, которые соответствуют «Остаточным жидким топливам» (ОЖТ) в ГОСТ 33.

**Определяемость для ОЖТ – 1,7%**

**Сходимость для ОЖТ – 1,5%**

**Воспроизводимость для ОЖТ – 7,4%** (статистические данные подтверждающие эти значения будут показаны в слайде 121 и 122 Итоги МСИ)

Погрешность измерений обусловлена не маркой или принципом действия устройства отсчета времени. **Основной вклад в погрешность вносит субъективный фактор, время реакции оператора.** Эта погрешность весьма велика.

Один из путей повышения точности – использование автоматических устройств, которые точно фиксируют прохождение границы жидкости через метку вискозиметра.

## ГОСТ 33-2000. Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости.

### Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости.

## вопрос

- По п. 7.1. "Калибровку поверенных вискозиметров проводят в условиях лаборатории по указанной в стандарте методике." Однако, какова правомочность проведения калибровки в лаборатории не аккредитованной на этот вид деятельности сомнительна.
- По п. 7.2. "Постоянная вискозиметра С зависит от гравитационного ускорения в месте калибровки...", "Если ускорение силы тяжести  $g$  отличается более чем на 0,1 %, постоянную калибровки корректируют по формуле...". Однако при калибровке постоянная вискозиметра только подтверждается, а не присваивается заново, следовательно гравитационное ускорение в месте калибровки не имеет значения. Кроме того, при показателе воспроизводимости для "прочих нефтепродуктов" равном  $\pm 0,72\%$  от среднего значения отличие  $g$  на 0,1 % вносит значимый вклад в неисключаемую систематическую погрешность результата испытания.

По п. 7.2. "Постоянная вискозиметра С зависит от гравитационного ускорения в месте калибровки...", "Если ускорение силы тяжести  $g$  отличается более чем на 0,1 %, постоянную калибровки корректируют по формуле...".

В ASTM и в ГОСТ четко указано, что в формуле

$$C_2 = (G_1 / G_2) * C_1$$

$G_1$  – соответствует лаборатории стандартизации

$G_2$  – тестовой (testing) лаборатории

**А Вы корректируете постоянную вискозиметра при измерениях в лаборатории?**

Перед вскрытием ГСО необходимо путем внешнего осмотра проверить герметичность бутылки, наличие этикетки.

При повреждении бутылки или отсутствии этикетки экземпляр ГСО не может быть использован.

Перед вскрытием бутылки материал ГСО тщательно перемешивают в течение 10 минут.

Для выполнения параллельных определений (количество определяется числом мест в термостате) при каждом испытании, отбор в вискозиметры производят из порции образца, помещенной в стаканчик одномоментным заполнением вискозиметров (в течение не более 2 мин), остатки из стаканчика выливаются в слив.

### ГК-В (газовый конденсат)

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений	Допускаемая относительная погрешность при P=0,95, %
Кинематическая вязкость при 20 °С, мм <sup>2</sup> /с	0,3 - 40	0,4

### СТ-Н-ВК (нефть)

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Кинематическая вязкость при 20 °С, мм <sup>2</sup> /с	2 - 100	0,4

### (нефтепродукты) СТ-НП-ВК, СТ-НП-ВК(40,50,100)

Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Границы допускаемой относительной погрешности СО при P=0,95, %
Кинематическая вязкость при 20 °С, мм <sup>2</sup> /с	1 - 70	±0,4
Кинематическая вязкость при 40°С, мм <sup>2</sup> /с	10-70	± 0,2
Кинематическая вязкость при 50°С, мм <sup>2</sup> /с	8-40	± 0,2
Кинематическая вязкость при 100°С, мм <sup>2</sup> /с	8-23	± 0,2

# Содержание серы

- **Сера и ее соединения являются постоянными составляющими частями сырой нефти.** Соединения серы токсичны, имеют неприятный запах, способствуют отложению смол, в соединениях с водой вызывают интенсивную коррозию оборудования НПУ и топливной арматуры двигателей. Особенно в этом отношении опасны сероводород и меркаптаны. Кроме того, соединения серы в топливе приводят к загрязнению окружающей среды.

При высоком содержании серы в нефти высока вероятность получения дизельного топлива с недопустимо высоким содержанием серы. На больших заводах такое топливо подвергают сложному процессу сероочистки.

**По ГОСТ 305-82 дизельное топливо делится на два вида.** Вид 1 содержит не более 0,2 % вес. серы. Вид 2 содержит не более 0,5 % вес. серы.

В соответствии с технологической классификацией нефти при содержании в ней не более 0,5 % серы (нефть первого класса) в дизельном топливе должно содержаться не более 0,2 % серы. Это соответствует первому виду дизельного топлива. В этом случае из нефти можно прямо на НПУ получать товарное дизельное топливо с допустимым содержанием серы.

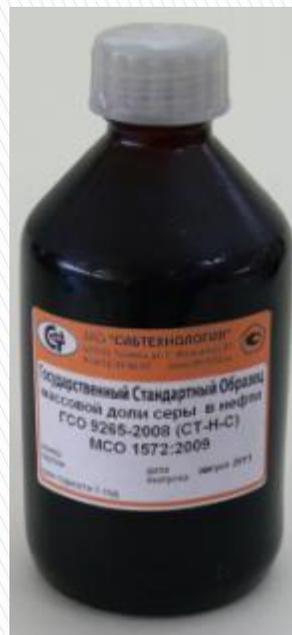
В соответствии с технологической классификацией нефти при содержании в ней от 0,5 до 2,0 % серы (нефть второго класса) в дизельном топливе будет содержаться не более 1,0 % серы. В этой ситуации возможны самые различные варианты, так как сера может быть распределена по фракциям нефти очень неоднородно. И только точный анализ может дать ответ на возможность получения товарного дизельного топлива.

Поэтому самым простым вариантом является разбавление нефти с содержанием серы более 0,5 % газовым конденсатом и доведение содержания серы в получаемой смеси до уровня 0,5 %. Как правило, **газовый конденсат практически не содержит серы** и его добавление к нефти приводит к снижению общего содержания серы.

Например, при содержании в нефти 1,2 % серы для получения сырья с содержанием серы не более 0,5 %, на одну тонну нефти нужно добавить 1,4 тонны газового конденсата.

## Линейка СО массовой доли серы

газовый конденсат	нефть	нефть	Нефтепродукты (белое масло, в которое в добавлены серу содержащие добавки)
ГСО 8948-2008 ГК-С	ГСО 9085-2008 Н-С	ГСО 9265-2008 СТ-Н-С	ГСО 9323-2009 СТ-НП-С
<b>МСО 1553:2009</b>	на признании	<b>МСО 1572:2009</b>	на признании
ГОСТ 1437-75, ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ 19121-73			



**ГОСТ 1437-75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения серы.  
ГОСТ Р 51947-2002. Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии**

- С 01.01.2006 г. арбитражным методом является определение серы в нефти по ГОСТ Р 51947-2002, который ограничивает его использование при содержании воды более 0,5%. При этом не определена процедура подготовки проб к испытанию при содержании воды более 0,5%.
  - В этом случае остается использовать ГОСТ 1437-75.
  - Кроме того, при испытаниях нефтей с большим давлением насыщенных паров по Рейду, герметичные кюветы с натянутой пленкой просто распирает и, как следствие, искажается результат измерений.
- В ASTM D 4294 определена процедура подготовки пробы
    - воду удаляют центрифугированием
    - образец встряхивают и сразу проводят измерение во избежание осаждения воды на пленке
  - По ASTM при измерении летучих образцов нужно протыкать иглой отверстие сверху ячейки с образцом

**Перед вскрытием бутылки материал ГСО тщательно перемешивают в течение 10 минут. Затем определения серы (с перемешиванием 10 мин и без перемешивания, по указанию в инструкции). Образец содержит воды менее 0,2%**

<b>СТ-Н-С, ГК-С, Н-С</b>		
Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Массовая доля серы, %	От 0,1 до 1,0 вкл.	5
	Свыше 1,0 до 2,0 вкл.	3
	Свыше 2,0 до 5,0 вкл.	2,3

<b>СТ-НП-С</b>		
Аттестуемая характеристика СО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Допускаемая относительная погрешность СО при P=0,95, %
Массовая доля серы, %	От 0,005 до 0,010 вкл.	25
	Свыше 0,010 до 0,020 вкл.	20
	Свыше 0,02 до 0,05 вкл.	15
	Свыше 0,05 до 0,10 вкл.	10
	Свыше 0,1 до 1,0 вкл.	5
	Свыше 1,0 до 2,0 вкл.	3
	Свыше 2,0 до 5,0 вкл.	2,5

# Давление насыщенных паров

- **Способность молекул жидкости выходить через свободную поверхность наружу, образуя пар, называют испаряемостью. Над поверхностью каждой жидкости вследствие испарения находится пар, давление которого может возрасти до определенного предела, зависящего от температуры и называемого давлением насыщенного пара. При этом давление пара и жидкости будет одинаковым, пар и жидкость оказываются в равновесии и пар становится насыщенным. При этом, число молекул, переходящих из жидкости в пар равно числу молекул, совершающий обратный переход.**
- **Давление насыщенных паров с повышением температуры растет. Образование насыщенных паров приводит к тому, что давление на свободной поверхности не может быть ниже давления насыщенных паров.**
- **Для нефти и нефтепродуктов и других сложных многокомпонентных систем давление насыщенного пара при данной температуре является сложной функцией состава и зависит от соотношения объемов пространств, в которых находится пар и жидкость.**
- **Давление насыщенных паров характеризует интенсивность испарения, пусковые качества моторных топлив и склонность их к образованию паровых пробок.**

## Линейка СО давления насыщенных паров

газовый конденсат	нефть	нефть	Нефтепродукты (отдельные и их смесь)
ГСО 8943-2008 ГК-ДНП	ГСО 9021-2008 Н-ДНП	ГСО 9269-2008 СТ-Н-ДНП	ГСО 9327-2009 СТ-НП-ДНП
<b>МСО 1548:2009</b>	<b>МСО 1556:2009</b>	<b>МСО 1576:2009</b>	<b>на признании</b>
ГОСТ 1756-2000, ГОСТ Р 52340-2005, ASTM 323-99A			



## Объем СО 0,25 дм<sup>3</sup> – для определения по ГОСТ Р 52340-2005, Объем 0,4 и 0,8 дм<sup>3</sup> для всех методов на два параллельных определения

*СО применимы для проверки правильности результатов измерения и повышения точности определения*

*Если разность между результатом, полученным при испытании ГСО, и аттестованной характеристикой, приведенной в свидетельстве на ГСО, превышает абсолютную погрешность, приведенную в свидетельстве, рассчитывают поправочный коэффициент по формуле ГОСТ 1756-2000*

- Проверить герметичность бутылки, наличие этикетки путем внешнего осмотра. При повреждении бутылки или отсутствии этикетки СО не могут быть использованы.
- Пробу тщательно встряхнуть.
- После вскрытия СО используется согласно любому НД на метод определения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов (ГОСТ 1756-2000, ГОСТ Р 52340-2005, ASTM 323-99A) с соблюдением следующих рекомендаций:
- **Определение давления насыщенных паров из емкости - образца проводить в один день, после каждого отбора пробку бутылки быстро закрывать.**
- Заполнение топливной камеры проводить прямо из емкости образца, используя приспособление для переливания пробы, внутренний диаметр сливной трубки должен быть не менее 6 мм.
- Для удаления пузырьков воздуха из топливной камеры, при ее заполнении, следует увеличить время постукивания о стол.
- При подготовке воздушной и топливной камер после промывки, их следует промыть ацетоном и просушить.

### ГК-ДНП, Н-ДНП, СТ-Н-ДНП, СТ-НП-ДНП

Аттестуемая характеристика	Интервал допускаемых аттестованных значений	Допускаемая относительная погрешность при P=0,95, %
Давление насыщенных паров, кПа	От 0 до 35 вкл.	1,4
	Свыше 35 до 110 вкл.	1,1
	Свыше 110 до 180 вкл.	0,5

## Линейка СО температуры вспышки в тигле СО годности 3 года

### Нефтепродукты отдельные и их смесь

**СТ-НП-ТВ0Т**  
(температура вспышки в  
открытом тигле)

**ГСО 9521-2010**

**На этапе экспертизы в ранге МСО**

ГОСТ 4333-87

**СТ-НП-ТВЗТ**

(температура вспышки в закрытом  
тигле)

**ГСО 9522-2010**

**На этапе экспертизы в ранге МСО**

ГОСТ 6356-75



**Испытания проводить в  
строгом соответствии с  
методикой**



# Меркаптаны

- ▣ Существенное влияние на коррозионный процесс при первичной переработке нефти оказывают соединения серы, встречающиеся в нефтях, из них наиболее агрессивными являются сероводород, элементарная сера и меркаптаны. Сернистые соединения являются нежелательными компонентами нефти, т.к. вследствие своей способности к распаду с выделением сероводорода и элементарной серы, сильно коррозирующих и разрушающих аппаратуру, они значительно затрудняют нефтепереработку. Нежелательно наличие сернистых соединений и в готовых нефтепродуктах.
- ▣ Коррозионная активность сернистых соединений зависит от их строения. Наиболее агрессивны сероводород, сера и меркаптаны. Сероводород корродирует цинк, железо, медь, латунь и алюминий. Сера, если она имеется в свободном состоянии в топливе, почти мгновенно взаимодействует с медью и ее сплавами, образуя сульфиды, вследствие чего наряду с коррозией металла, приводящей к потере его массы, наблюдается образование отложений на металле. Коррозия металлов меркаптанами определяется их концентрацией в топливе и строением. Ароматические меркаптаны более коррозионно-агрессивны, чем алифатические, при этом бициклические меркаптаны агрессивнее моноциклических.
- ▣ **СО содержания меркаптановой серы в нефти и нефтепродуктах прошли первый этап МСИ, устанавливается срок годности экземпляра. Будет утвержден в 2012 г**

# Правила подачи заявок на ГСО

- В связи с тем, что СО на естественной основе применимы для контроля погрешности и аттестации методик измерений, а аттестация СО производится методом межлабораторной аттестации, просим обратить внимание на правила составления заявки спецификации на СО нефти, нефтепродуктов и газового конденсата:
- 1. Количество СО должно быть необходимым и достаточным для обеспечения внутрилабораторного контроля по всей области деятельности лаборатории (в соответствии с РМГ 76 и серией ГОСТ Р ИСО 5725)
- 2. При внутрилабораторном контроле предполагается демонстрация адекватности методики измерения показателя по соответствующему нормативному документу в лаборатории и проверка стабильности, получаемых по этой методике результатов аттестованное  
для расчета берутся отклонения от аттестованного значения (при расчете систематической составляющей погрешности) и разность средних значений (при расчете случайной составляющей погрешности), **поэтому значение ГСО должно лежать в проверяемом диапазоне значений методики**, которому приписаны значения повторяемости и воспроизводимости.
- 3. С целью приближения ГСО по матрице к объекту испытаний в лаборатории необходимо указывать некоторые параметры матрицы (нефти, нефтепродуктов (бензин, дизельное или реактивное топливо, масло, газовый конденсат):
- Например: плотность с размахом в 3 кг/дм<sup>3</sup>, ДНП – 10 кПа, вязкость – 10 см<sup>2</sup>/с, температура начала кипения – 10°С

# ВЗИМОЗАМЕНЯЕМЫМИ ЯВЛЯЮТСЯ СО РАЗНЫХ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ

- СО массовой доли воды в нефтепродуктах,
- СО массовой концентрации хлористых солей в нефтепродуктах,
- СО массовой доли механических примесей в нефтепродуктах:
- Матрица – трансформаторное масло,
- Добавки идентичные,
- **Отличие СО ЗАО «Сибтехнология» от имеющих на рынке – позволяют проведение испытаний в строгом соответствии с методикой измерений – проведение 2 параллельных определений, при условии выполнения прописанной в паспорте на СО инструкции, а не количественное смывание образца растворителем, что методикой не предусмотрено!**

# ВЗИМОЗАМЕНЯЕМЫМИ ЯВЛЯЮТСЯ СО РАЗНЫХ ПРОИЗВОДИТЕЛЕЙ

- СО массовой доли серы в нефтепродуктах:
- Матрица и добавки идентичные.
- Отличие СО ЗАО «Сибтехнология» от имеющихся на рынке – ограничены нижним пределом диапазона – **0,005%**
- СО фракционного состава нефтепродуктов:
- Матрица и добавки идентичные.
- Отличие СО ЗАО «Сибтехнология» от имеющихся на рынке – позволяют проведение испытаний в строгом соответствии с методикой измерений – проведение **2** параллельных определений, при условии выполнения прописанной в паспорте на СО инструкции, а не количественное смывание образца растворителем, что методикой не предусмотрено!

# УСЛОВНО ЗАМЕНЯЕМЫЕ СО

- СО давления насыщенных паров нефтепродуктов,
- СО кинематической вязкости нефтепродуктов,
- СО плотности нефтепродуктов
  
- **других фирм производителей разработаны на основе чистых веществ, не теряющих свойств при испарении.**
- АДНП-20 –циклогексан 21,6 кПа
- АДНП-30 – гексан 33,7 кПа
- АДНП-40 – ацетон 42,9 кПа
- АДНП-60 – 2-хлор-2-метилпропан 62,4 кПа
- ПЛ-730-ЭК – н-декан 730,2 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-810-ЭК – бутанол-1 809,6-814,3 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-850-ЭК - 2-хлор-2-метилпропан 843,3-849,1 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-870-ЭК - толуол 867,0-871,5 кг/м<sup>3</sup>
- ПЛ-880-ЭК - о-ксилол 879,4-883,8 кг/м<sup>3</sup>
- РЭВ-20 - трансформаторное масло (является ньютоновской жидкостью) 17,29 мм<sup>2</sup>/с
- РЭВ-10 - осветительный керосин по ГОСТ 4753 (является ньютоновской жидкостью) 11,32 мм<sup>2</sup>/с
- Все эти вещества очень далеки от матрицы
  
- **СО давления насыщенных паров, кинематической вязкости, плотности ЗАО «Сибтехнология» разработаны на естественной основе и соответствуют нефти или нефтепродукту, имеющему соответствующую характеристику, СО применимы во внутрилабораторном контроле.**

# ВЗАИМОЗАМЕНЯЕМОСТЬ СО МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ

Метод анализа	ГОСТ	Сибтехнология & Серволаб				Образцы НПО "ИНТЕГРСО"				Образцы ВНИИМ				Образцы "Экохим"			
Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды. Масс. доля, %	2477	СТ-НП-В	9324-2009	0,25	0,03-2,0	В-1	5760-90	100	0,11	ВН-0,1-ЭК	7928-2001	100	0,095-0,105	ВН-0,1-ЭК	7928-2001	100	0,095-0,105
						В-2	5761-90		0,46	ВН-0,5-ЭК	7929-2001		0,45-0,55	ВН-0,5-ЭК	7929-2001		0,45-0,55
						В-3	5762-90		1,02	ВН-1,0-ЭК	7930-2001		0,9-1,1	ВН-1,0-ЭК	7930-2001		0,9-1,1
						В-4	5763-90		1,50	ВН-1,5-ЭК	7931-2001		1,35-1,65	ВН-1,5-ЭК	7931-2001		1,35-1,65
										ВН-2,0-ЭК	7932-2001		1,8-2,2	ВН-2,0-ЭК	7932-2001		1,8-2,2
										ВН-5,0-ЭК	7933-2001		4,5-5,5	ВН-5,0-ЭК	7933-2001		4,5-5,5
Нефтепродукты. Определение воды. Метод кулонометрического титрования по Карлу Фишеру. Масс. доля воды, %	EN ISO 12937-2000	СТ-НП-В	9324-2009	0,25	0,03-2,0	ВМКТ-1/1	8913-07		0,004								
						ВМКТ-1/3	8913-07		0,002								

# ВЗАИМОЗАМЕНЯЕМОСТЬ СО ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ

Метод анализа	ГОСТ		Сибтехнология & Серволаб				Образцы НПО "ИНТЕГРСО"				Образцы ВНИИМ				Образцы "Экохим"			
							ХС-1	8183-2002	100	5,3	ХСН-5-ЭК	7897-2001	100	4,5-5,5	ХСН-5-ЭК	7897-2001	100	4,5-5,5
Нефть. Метод определения содержания хлористых солей, мг/дм <sup>3</sup>	21534		СТ-НП-ХС	9322-2009	0,22	0,5-1000	ХС-2/2	8184-2002		8,1	ХСН-10-ЭК	7898-2001		9,5-10,5	ХСН-10-ЭК	7898-2001		9,5-10,5
							ХС-2/3				ХСН-50-ЭК	7899-2001				47,5-52,5		
							ХС-3	8185-2002		39,9	ХСН-100-ЭК	7900-2001		95-105			ХСН-100-ЭК	7900-2001
							ХС-4	8186-2002				106,9			ХСН-300-ЭК	7901-2001		291-309
							ХС-5	8187-2002		196,0			ХСН-900-ЭК	7902-2001		891-909		
							ХС-6	8188-2002				473,3						

# ВЗАИМОЗАМЕНЯЕМОСТЬ СО МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ

Метод анализа	ГОСТ		Сибтехнология & Серволаб				Образцы НПО "ИНТЕГРСО"				Образцы ВНИИМ				Образцы "Экохим"			
							МП-1	6460-92	100	0,005	МПН-0,005-ЭК	7855-2000	100	0,0040-0,0060	МПН-0,005-ЭК	7855-2000	100	0,004-0,006
Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей. Масс.доля, %	6370	AST MD 473	СТ-НП-МП	9326-2009	0,25	0,0005-1,0	МП-2	6461-92		0,0365	МПН-0,015-ЭК	7856-2000		0,012-0,018	МПН-0,015-ЭК	7856-2000		0,012-0,018
							МП-3	6462-92		0,212	МПН-0,050-ЭК	7857-2000		0,045-0,055	МПН-0,050-ЭК	7857-2000		0,045-0,055
							МП-4	6463-92		1,12	МПН-0,250-ЭК	7858-2000		0,200-0,300	МПН-0,250-ЭК	7858-2000		0,2-0,3
											МПН-1,000-ЭК	7859-2000		0,900-1,100	МПН-1,000-ЭК	7859-2000		0,9-1,1

# ВЗАИМОЗАМЕНЯЕМОСТЬ СО СЕРЫ

Метод анализа	ГОСТ		ЗАО Сибтехнология & ООО Серволаб		Образцы НПО "ИНТЕГРСО"		Образцы ООО «Нефтестандарт»		Образцы ООО «Экохим»	
			Название	ГСО	Название	ГСО	Название	ГСО	Название	ГСО
Нефть и нефтепродукты. Рентгено-флуоресцентный метод определения серы. Масс. доля серы, %	Р 50442 51947	ASTM D 4294	СТ-НП-С	9323-2009	СРФ-1	6666-93	ССН-0,02-ЭК	7993-2002	ССН-0,02-ЭК	7993-2002
			ГК-С	8943-2008, МСО 1548	СРФ-2	6667-93	ССН-0,05-ЭК	7994-2002	ССН-0,05-ЭК	7994-2002
					СРФ-3	6668-93	ССН-0,1-ЭК	7995-2002	ССН-0,1-ЭК	7995-2002
					СРФ-4	6669-93	ССН-0,2-ЭК	7996-2002	ССН-0,2-ЭК	7996-2002
					СРФ-5	6670-93	ССН-0,5-ЭК	7997-2002	ССН-0,5-ЭК	7997-2002
					СРФ-6	6671-93	СН-0,010-ЭК	8172-2002	СН-0,010-ЭК	8172-2002
					СРФ-7	6672-93	СН-0,030-ЭК	8173-2002	СН-0,030-ЭК	8173-2002
							СН-0,060-ЭК	8174-2002	СН-0,060-ЭК	8174-2002
							СН-0,100-ЭК	8175-2002	СН-0,100-ЭК	8175-2002
							СН-0,200-ЭК	8494-2003	СН-0,200-ЭК	8494-2003
							СН-0,500-ЭК	8176-2002	СН-0,500-ЭК	8176-2002
							СН-1,000-ЭК	8177-2002	СН-1,000-ЭК	8177-2002
							СН-1,500-ЭК	8495-2003	СН-1,500-ЭК	8495-2003
							СН-2,000-ЭК	8496-2003	СН-2,000-ЭК	8496-2003
							СН-2,500-ЭК	8178-2002	СН-2,500-ЭК	8178-2002
				СН-3,000-ЭК	8497-2003	СН-3,000-ЭК	8497-2003			
				СН-4,000-ЭК	8498-2003	СН-4,000-ЭК	8498-2003			
				СН-5,000-ЭК	8179-2002	СН-5,000-ЭК	8179-2002			
Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения содержания серы. Масс. доля серы, %	1437		СТ-НП-С	9323-2009	СУ-1	5482-90	СУ-1	5482-90		
			ГК-С	8943-2008, МСО 1548	СУ-2	5483-90	СУ-2	5483-90		
					СУ-3	5484-90	СУ-3	5484-90		
					СУ-4	5485-90	СУ-4	5485-90		
Нефтепродукты. Метод определения содержания серы сжиганием в лампе. Масс. доля серы, %	19121		СТ-НП-С	9323-2009	СЛ-1	5479-90				
			ГК-С	8943-2008, МСО 1548	СЛ-2	5480-90				
					СЛ-3	5481-90				

# ВЗАИМОЗАМЕНЯЕМОСТЬ СО ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА

Метод анализа	ГОСТ		Сибтехнология & Серволаб				Образцы НПО "ИНТЕГРСО"				Образцы ВНИИМ				Образцы "Экохим"							
			СТ-НП-ФС1	9520-2010	0,4	20-250	ФС-1	7947-01	100	39,2...185,5	ФС-1	7947-01	100	40...176	ФС-Б-ЭК	8785-2006	100	40 - 200 С				
Нефтепродукты. Метод определения фракционного состава. °С	2177	Метод А	AST	MD	86	ГК-ФС 8944-2008 МСО 1549	ФС-2	7948-01		138,3...238,3	ФС-2	7948-01		145...248	ФС-РТ-ЭК	8787-2006		145 - 250 С				
							ФС-3	7949-01		172...300	ФС-3	7949-01		181...360	ФС-ДТ-ЭК	8786-2006		180 - 350 С				
Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава на аппарате АРН-2. % отгона	1101	1				ГК-ФС 8944-2008 МСО 1549	ФС-АРН	9459-2003		200-28,5 300-48,0 350-56,5	ФС-АРН	9459-2003	2000	62-390								
Нефтепродукты. Фракционный состав нефти. °С, отгона	2177	Метод Б					СТ-НП-ФС2	9520-2010	0,4	20-250	ФС-ТН	8700-2005					ФС-Б-ЭК	8785-2006	100	40...200		
																			ФС-РТ-ЭК	8787-2006		145 - 250 С
																			ФС-ДТ-ЭК	8787-2006		145-250

# НОВЫЕ КОМПЛЕКСНЫЕ СО НЕФТЕПРОДУКТОВ

- ▣ Новое направление разработки комплексных ГСО нефтепродуктов началось в 2010 году.
- ▣ По инициативе Провайдера проверок квалификации лабораторий посредством межлабораторных сравнительных испытаний ФГУП «УНИИМ» группой разработчиков ЗАО «Сибтехнология» разработаны и утверждены 4 комплексных образца СО нефтепродуктов (сначала СО для МСИ) на естественной основе:
  - ▣ Бензина автомобильного по 8 показателям,
  - ▣ Дизельного топлива по 16 показателям,
  - ▣ Моторного масла по 9 показателям,
  - ▣ Турбинного масла по 8 показателям.

# Бензин. Основные свойства бензина

- В переводе с французского языка, бензин (**benzine**) обозначает различную по своему строению углеводородную смесь,
- жидкость, не имеющую цвета,
- предел кипения у которой составляет 33-205 °С.
- плотность этой жидкости 700-780 кг/м<sup>2</sup>,
- замерзает бензин при температуре – 60 °С и ниже.
- температура вспышки составляет меньше 0 °С.
- при концентрировании паров бензина в газовой объёмы плотностью 74-123 г/м<sup>3</sup> образуется взрывчатая смесь.
- Главным свойством, которое характеризует бензин как топливо для инжекторных и карбюраторных двигателей внутреннего сгорания является **его высокая летучесть**. Это свойство напрямую **зависит от фракционных составляющих и определяет устойчивость к детонации**.
- Чем лучше испаряется бензин, тем более полноценная горючая смесь образуется, в результате облегчается запуск двигателя, в цилиндрах уменьшается конденсация топливных паров, и, соответственно, меньше разжижается масло.
- Каждый сорт бензина имеет свои показатели **плотности, температуры замерзания и горения**.
- **Бензин имеет следующие характеристики:**
  - точное соответствие заявленному октановому числу
  - сгорание топливной смеси с минимальным избытком бензина
  - отсутствие детонации при использовании
  - обязательное наличие антидетонационных присадок
  - низкое содержание свинца и серы
  - соответствие высокооктанового бензина европейским стандартам качества

# СО состава и свойств бензина автомобильного по ГОСТ Р 51866 и ГОСТ Р 51105 на естественной основе (СТ-Б)

Регистрационный номер: ГСО 9495-2010 МСО 1746:2011

- **Аттестуемые характеристики одного комплекта образца (2литровых бутылки в комплекте)**
- Плотность при 15°C ГОСТ 51069-97,
- Массовая доля серы ГОСТ 19121, ГОСТ Р 51859-2002, ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ Р 50442-92, ГОСТ Р 52660-2006,
- Концентрация фактических смол ГОСТ 1567-97,
- Давление насыщенных паров ГОСТ 1756-2000,
- Индекс испаряемости ГОСТ Р 51105-97,
- Детонационная стойкость
  - - октановое число (моторный метод) ГОСТ 511-82, ГОСТ Р 52946,
  - - (исследовательский метод) ГОСТ 8226-82, ГОСТ Р 52947,
- Объемная доля бензола ГОСТ 29040-91, ГОСТ Р 51941-2002, т
- Фракционный состав: температура начала и конца кипения, температура 10%, 50%, 90% отгона, температуры испарения при 70°C, 100°C, 150°C, 180°C, объема остатка в колбе по ГОСТ 2477-99

Комплект



- **Взаимозаменяемость комплекта ГСО СТ-Б на ГСО разъединенных типов**
- 1. Образцы плотности при 15°C ГОСТ 51069-97,
- 2. Образцы массовой доли серы ГОСТ 19121, ГОСТ Р 51859-2002, ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ Р 50442-92, ГОСТ Р 52660-2006,
- 3. Образцы концентрации фактических смол ГОСТ 1567-97,
- 4. Образцы давления насыщенных паров ГОСТ 1756-2000,
- 5. Образцы детонационной стойкости
  - - октановое число (моторный метод) ГОСТ 511-82, ГОСТ Р 52946,
  - - (исследовательский метод) ГОСТ 8226-82, ГОСТ Р 52947,
- 6. Образцы объемной доли бензола ГОСТ 29040-91, ГОСТ Р 51941-2002
- 7. Образцы фракционного состава:
  - температура начала и конца кипения,
  - температура 10%, 50%, 90% отгона,
  - температуры испарения при 70°C, 100°C, 150°C, 180°C, объема остатка в колбе



# Правила обращения с СО

- СО состава и свойств бензина автомобильного (СТ-Б) предназначен для контроля погрешности методики выполнения измерений и для аттестации методик выполнения измерений на показатели:
  - плотности при 15°C ГОСТ 51069-97, массовой доли серы ГОСТ 19121, ГОСТ Р 51859-2002, ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ Р 50442-92 ГОСТ Р 52660-2006, концентрации фактических смол ГОСТ 1567-97, давления насыщенных паров ГОСТ 1756-2000, индекса испаряемости ГОСТ Р 51105-97, детонационной стойкости - октановое число (моторный метод) ГОСТ 511-82, ГОСТ Р 52946, детонационной стойкости - (исследовательский метод) ГОСТ 8226-82, ГОСТ Р 52947, объемной доли бензола ГОСТ 29040-91, ГОСТ Р 51941-2002, Температура начала и конца кипения, температура 10%, 50%, 90% отгона, температуры испарения при 70°C, 100°C, 150°C, 180°C, объема остатка в колбе по ГОСТ 2477-99)
- .
- **Общие указания**
- Перед вскрытием СО необходимо путем внешнего осмотра проверить герметичность бутылки, наличие этикетки. При повреждении бутылки или отсутствии этикетки экзemplяра СО не может быть использован.
- Перед отбором пробы на испытания экзemplяра СО необходимо тщательно перемешать в течение 5 минут.
  
- СО на все показатели используют после вскрытия бутылки следующим образом:
  - Сначала проводят испытания давление насыщенных паров в условиях повторяемости.
  - Далее определяют плотности при 15°C в условиях повторяемости и воспроизводимости (используя разные средства измерений...).
  - Все остальные показатели определяют в произвольном порядке, каждый раз плотно закрывая бутылки с ОК.
  - Единожды вскрытый образец подлежит хранению не более 2 суток.
  - Испытания материала СО проводят в строгом соответствии с прописью методики проведения испытаний.
  
- Возможно применение образцов на испытание выборочных показателей, например фракционный состав

# ДИЗЕЛЬНОЕ ТОПЛИВО

- В настоящее время требования к качеству дизельного топлива, или соляровому маслу (солярке), становятся все более строгими. В разных странах имеются определенные расхождения, но четко обозначилась ориентация
- - на снижение количества серы в составе ГСМ. В наибольшей степени требования ужесточила Швеция: в 1991 г. были введены требования к качеству солярки первого и второго класса, согласно которым содержание серы устанавливалось на уровне 10 мг/кг и 50 мг/кг на соответственно для первого и второго классов.
- - дизельное топливо Евро подразделено на классы и сорта для регионов разной климатической зоны и предельной температурой Требования к дизтопливу для умеренного климата:

Наименование показателя	Значение для сорта					
	A	B	C	D	E	F
Предельная температура фильтруемости, °С, не выше:	5	0	-5	-10	-15	-20

Классы для районов с холодной климатической зоной:

Класс	0	1	2	3	4
Температура помутнения, °С	-10	-16	-22	-28	-34
Предельная температура фильтруемости, °С	-20	-26	-32	-38	-44

- высокое цетановое число – главный показатель производительности и экономичности солярки;
- максимальная степень очистки, позволяющая максимально продлить ресурс дизельных двигателей;
- строго нормированная вязкость, которая гарантирует максимальную прокачиваемость всей топливной системы дизельных двигателей;
- оптимальный фракционный состав, обеспечивающий минимальную дымность и токсичность отработанных газов.

**СО состава и свойств дизельного топлива по ГОСТ 305-82,  
ГОСТ Р 52368-2005 или ТУ на естественной основе (СТ-ДТ)  
Регистрационный номер: ГСО 9493 – 2010 МСО 1744:2011**

▣ **Аттестуемые характеристики одного образца (2литровых бутылки в комплекте)**

- ▣ Плотность при 20°С ГОСТ 3900-85,
- ▣ Массовая доля серы ГОСТ 19121-73, ГОСТ Р 51947-2002,
- ▣ Концентрация фактических смол ГОСТ 8489-85,
- ▣ Фракционный состав: 50%, 96% перегоняется при температуре ГОСТ 2477-99, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405-2007,
- ▣ Массовая доля меркаптановой серы ГОСТ 17323-71 ГОСТ Р 52030-2003,
- ▣ Цетановое число ГОСТ Р 52709-2007, ГОСТ 3122-67,
- ▣ Кинематическая вязкость при 20°С ГОСТ 33-2000,
- ▣ Температура застывания ГОСТ 20287-91, с дополнениями ГОСТ 305-82,
- ▣ Температура помутнения, ГОСТ 5066-91,
- ▣ Температура вспышки в закрытом тигле ГОСТ Р ЕН ИСО 2719-2008, ГОСТ 6356-75,
- ▣ Йодное число ГОСТ 2070-82,
- ▣ Кислотность ГОСТ 5985-79,
- ▣ Коксуемость 10%-ного остатка ГОСТ 19932-99,
- ▣ Зольность ГОСТ 1461-75,
- ▣ Коэффициент фильтруемости ГОСТ 19006-73,
- ▣ Предельная температура фильтруемости ГОСТ 22254-92

**Комплект**



▣ **Замена комплекта ГСО СТ-ДТ на ГСО разъединенных типов**

1. Образец плотности при 20°С ГОСТ 3900-85,
2. Образец массовой доли серы ГОСТ 19121-73, ГОСТ Р 51947-2002,
3. Образец концентрации фактических смол ГОСТ 8489-85, фракционного состава: 50%, 96% перегоняется при температуре ГОСТ 2477-99, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405-2007,
4. Образец массовой доли меркаптановой серы ГОСТ 17323-71 ГОСТ Р 52030-2003,
5. Образец цетанового числа ГОСТ Р 52709-2007, ГОСТ 3122-67,
6. Образец кинематической вязкости при 20°С ГОСТ 33-2000,
7. Образец температуры застывания ГОСТ 20287-91, с дополнениями ГОСТ 305-82,
8. Образец температуры помутнения, ГОСТ 5066-91,
9. Образец температуры вспышки в закрытом тигле ГОСТ Р ЕН ИСО 2719-2008, ГОСТ 6356-75,
10. Образец йодного числа ГОСТ 2070-82,
11. Образец кислотности ГОСТ 5985-79,
12. Образец коксуемости 10%-ного остатка ГОСТ 19932-99,
13. Образец зольности ГОСТ 1461-75,
14. Образец коэффициента фильтруемости ГОСТ 19006-73,
15. Образец предельной температуры фильтруемости ГОСТ 22254-92



# Правила обращения с СО

- СО состава и свойств дизельного топлива (СТ-ТД) предназначен для контроля измерений и для аттестации методик выполнения измерений:
- плотности при 20°C ГОСТ 3900-85, массовой доли серы ГОСТ 19121-73, ГОСТ 1437-75, ГОСТ Р 51947-2002, концентрации фактических смол ГОСТ 8489-85, фракционного состава: 50%, 96% перегоняется при температуре ГОСТ 2477-99, ГОСТ Р ЕН ИСО 3405-2007, массовой доли меркаптановой серы ГОСТ 17323-71 ГОСТ Р 52030-2003, цетанового числа ГОСТ Р 52709-2007, ГОСТ 3122-67, кинематическая вязкость при 20°C ГОСТ 33-2000, температуры застывания ГОСТ 20287-91, с дополнениями ГОСТ 305-82, температуры помутнения, °С, ГОСТ 5066-91, температуры вспышки в закрытом тигле ГОСТ Р ЕН ИСО 2719-2008, ГОСТ 6356-75, йодного числа ГОСТ 2070-82, кислотности ГОСТ 5985-79, коксуемости 10%-ного остатка ГОСТ 19932-99, зольности ГОСТ 1461-75, коэффициента фильтруемости ГОСТ 19006-73, предельной температуры фильтруемости ГОСТ 22254-92.
- **Общие указания**
- Перед вскрытием СО необходимо путем внешнего осмотра проверить герметичность бутылки, наличие этикетки. При повреждении бутылки или отсутствии этикетки экземпляр СО не может быть использован.
- Перед отбором пробы на испытания экземпляр СО необходимо тщательно перемешать в течение 5 минут.
- СО на все показатели используют после вскрытия бутылки следующим образом:
  - Сначала определяют плотности при 20°C в условиях повторяемости и воспроизводимости (используя сначала одно и то же, затем разные средства измерений...).
  - Все остальные показатели определяют в произвольном порядке, каждый раз плотно закрывая бутылки с ОК.
  - Единожды вскрытый образец подлежит хранению не более 2 суток.
  - Испытания материала СО проводят в строгом соответствии с прописью методики проведения испытаний.
- Возможно применение образцы на определение выборочных показателей, например температуры вспышки в закрытом тигле

# ХАРАКТЕРИСТИКИ МАСЕЛ

- ▣ К характеристикам масел относятся
  - ▣ ВЯЗКОСТЬ,
    - ▣ индекс вязкости,
    - ▣ кислотное число,
    - ▣ щелочное число,
  - ▣ содержание водорастворимых кислот и щелочей,
    - ▣ коксуемость,
    - ▣ зольность,
    - ▣ коррозионность,
  - ▣ термоокислительная стабильность,
    - ▣ температура вспышки,
    - ▣ температура застывания,
  - ▣ содержание механических примесей,
    - ▣ содержание воды,
    - ▣ стойкость при хранении.

# ДРУГИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МАСЕЛ

- ▣ Очень низкие **температуры вспышки и воспламенения** характеризуют огнеопасность масел и указывают на наличие в них случайных примесей, главным образом топлива.
- ▣ **Температура застывания** вместе с вязкостью характеризует поведение масел при низких температурах, прокачиваемость, коэффициент трения в момент пуска дизеля.
- ▣ **Содержание золы в маслах** должно быть минимальным. Присутствие значительного количества золы указывает на плохую очистку масел, на наличие в них различных солей и минеральных механических примесей.
- ▣ **Содержание механических примесей и воды** приводит к повышенному изнашиванию трущихся деталей и интенсивному нагарообразованию. Кроме того, присутствие механических примесей в масле искажает результаты анализа по определению содержания кокса и золы. Недопустима вода в трансформаторном масле.
- ▣ **Свободные органические кислоты**, содержащиеся в масле и определяющие его кислотность, вызывают коррозию металлов, особенно цветных. Разрушительное действие органических кислот усиливается при наличии воды.
- ▣ **Кислотность** рассматривается как основной показатель коррозионной агрессивности масла по отношению к металлам, поэтому начальное ее значение должно быть возможно меньшим.
- ▣ **Щелочное число** характеризует способность масла нейтрализовать появляющиеся в нем кислоты, предотвращая коррозию и износ смазываемых поверхностей. Щелочные свойства обеспечивают введением в масло специальных присадок. Начальное щелочное число масла подбирают с учетом возможности образования кислот в среде, где будет применяться данное масло.
- ▣ Наибольшие щелочные числа имеют цилиндровые масла, используемые в дизелях, работающих на сернистых топливах. В таких маслах (со щелочными присадками) наличие щелочи обусловлено характером присадки и не является признаком непригодности масла. Предельная щелочность современных цилиндровых масел (около 100 мг KOH на 1 г масла) достаточна для нейтрализации сернистых соединений, образующихся при сгорании топлива с содержанием серы до 4 %.

# СО состава и свойств - МАСЛА МОТОРНОГО на естественной основе (СТ-ММ)

Регистрационный номер: ГСО 9494-2010 МСО1745:2011

## Аттестуемые характеристики одного образца (1 литр)

- Плотность при 20°C ГОСТ 3900-85,
- Вязкость кинематической при 100°C и при минус 18°C, ГОСТ 33-2000,
- Температура вспышки в открытом тигле, ГОСТ 4333-87,
- Зольность сульфатной ГОСТ 12417-94,
- Цвет на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284-74,
- Массовая доля механических примесей, ГОСТ 6370-83,
- Температура застывания ГОСТ 20287-91,
- Щелочное число ГОСТ 11362-96



## Замена комплекта ГСО СТ-ММ на ГСО разъединенных типов

1. Образцы плотности при 20°C ГОСТ 3900-85,
2. Образцы вязкости кинематической при 100°C и при минус 18°C, ГОСТ 33-2000,
3. Образцы температуры вспышки в открытом тигле, ГОСТ 4333-87,
4. Образцы зольности сульфатной ГОСТ 12417-94,
5. Образцы цвета на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284-74,
6. Образцы массовой доли механических примесей, ГОСТ 6370-83,
7. Образцы температуры застывания ГОСТ 20287-91,
8. Образцы щелочного числа ГОСТ 11362-96



# Правила обращения с СО

- СО состава и свойств масла моторного (СТ-ММ) предназначен для контроля измерений и для аттестации методик выполнения измерений
- На показатели плотность при 20°C ГОСТ 3900-85, вязкость кинематическая при 100°C и при минус 18°C, ГОСТ 33-2000, индекс вязкости ГОСТ 25371-97, температура вспышки в открытом тигле, ГОСТ 4333-87, зольность сульфатная, ГОСТ 12417-94, цвет на колориметре ЦНТ, ГОСТ 20284-74, массовая доля механических примесей, ГОСТ 6370-83, температура застывания, ГОСТ 20287-91, щелочное число ГОСТ 11362-96 в моторном масле по **ГОСТ 8581-78, ГОСТ 10541-78, ГОСТ 4333-87, ГОСТ 12337-84, ГОСТ 23497-79, ГОСТ 6370-83, ГОСТ 20287-91, ГОСТ 11362-96, ГОСТ Р 51907-2002**
- Перед вскрытием СО необходимо путем внешнего осмотра проверить герметичность бутылки, наличие этикетки. При повреждении бутылки или отсутствии этикетки экземпляр СО не может быть использован.
- Перед отбором пробы на испытания экземпляр СО необходимо тщательно перемешать в течение 5 минут.
- СО на все показатели используют после вскрытия бутылки следующим образом:
- Сначала определяют плотности при 20°C в условиях повторяемости и воспроизводимости (используя разные средства измерений...).
- Все остальные показатели определяют в произвольном порядке, каждый раз плотно закрывая бутылки с СО.
- Испытания материала СО проводят в строгом соответствии с прописью методики проведения испытаний.
- Возможно применение образцы на определение выборочных показателей, например температуры вспышки в закрытом тигле

# СО состава и свойств МАСЛА ТУРБИННОГО на естественной основе(СТ-МТ)

Регистрационный номер: ГСО 9496-2010 МСО1747:2011

## □ **Аттестуемые характеристики одного образца** □ **(1 литр)**

- Плотность при 20°C по ГОСТ 3900-85,
- Массовая доля серы в безводном масле по ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ Р 50442-92,
- Вязкость кинематическая при 50°C по ГОСТ 33-2000,
- Температура вспышки в открытом тигле по ГОСТ 4333-87,
- Кислотное число по ГОСТ 5985-79,
- Зольность по ГОСТ 1461-75,
- Цвет в колориметре ЦНТ по ГОСТ 20284-74,
- Температура застывания по ГОСТ 20287-91



## □ **Замена комплекта ГСО СТ-МТ на ГСО разъединенных типов**

1. Образец плотности при 20°C по ГОСТ 3900-85,
2. Образец массовой доли серы в безводном масле по ГОСТ Р 51947-2002, ГОСТ Р 50442-92,
3. Образец вязкости кинематической при 50°C по ГОСТ 33-2000,
4. Образец температуры вспышки в открытом тигле по ГОСТ 4333-87,
5. Образец кислотного числа по ГОСТ 5985-79,
6. Образец зольности по ГОСТ 1461-75,
7. Образец цвета в колориметре ЦНТ по ГОСТ 20284-74,
8. Образец температуры застывания по ГОСТ 20287-91



# Правила обращения с СО

- СО состава и свойств масла турбинного (СТ-МТ) предназначен для контроля измерений и для аттестации методик выполнения измерений
- на показатели: плотности при 20°C по ГОСТ 3900-85, массовой доли серы в безводном масле по ГОСТ 1437-75, вязкости кинематическая при 50°C по ГОСТ 33-2000, индекса вязкости по ГОСТ 25371-97, температуры вспышки в открытом тигле по ГОСТ 4333-87, кислотного числа по ГОСТ 5985-79, зольности по ГОСТ 1461-75, цвета в колориметре ЦНТ по ГОСТ 20284-74, температуры застывания по ГОСТ 20287-91 в турбинном масле **по ГОСТ 9972-74, ГОСТ 32-74.**
- **Общие указания**
- Перед вскрытием СО необходимо путем внешнего осмотра проверить герметичность бутылки, наличие этикетки. При повреждении бутылки или отсутствии этикетки экземпляр СО не может быть использован.
- Перед отбором пробы на испытания экземпляр СО необходимо тщательно перемешать в течение 5 минут.
- СО на все показатели используют после вскрытия бутылки следующим образом:
- Сначала определяют плотности при 20°C в условиях повторяемости и воспроизводимости (используя сначала один, затем разные средства измерений...).
- Все остальные показатели определяют в произвольном порядке, каждый раз плотно закрывая бутылки с ОК.
- Испытания материала СО проводят в строгом соответствии с прописью методики проведения испытаний.
- Возможно применение образцы на определение выборочных показателей, например температуры вспышки в закрытом тигле

# ПУТИ УЛУЧШЕНИЯ КАЧЕСТВА ГСО

- - **Внесение изменений в регламент производства ГСО.**
- - **Увеличение эффективности процесса изготовления СО.**
- - **Взаимосвязь с потребителями.**
- - **Выработка единых подходов проведения измерений для производителей и для потребителей.**
- - **Подтверждение качества выпущенных СО проведением МСИ провайдерами других регионов на предоставленных нами образцах.**

▣ **БЛАГОДАРЮ ЗА ВНИМАНИЕ**

# **ИТОГИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ 2004-2011 гг.**

# ISO/IEC 17043 Оценка соответствия - Общие требования к проверке квалификации лабораторий

- ISO (Международная организация по стандартизации) и IEC (Международная электротехническая комиссия) образуют специализированную систему для всемирной стандартизации.
  
- Межлабораторные сравнительные испытания широко используются для ряда целей. Наиболее типичными являются:
  - а) приписывание значений **стандартным образцам** и оценка их пригодности для конкретных испытательных или измерительных процедур;
  - б) валидация заявленной неопределённости;
  - в) обеспечение **эффективности и сравнимости методов испытаний или измерений**;
  - г) оценка **рабочих характеристик метода** – часто описывается как совместные испытания;
  - д) оценка **деятельности лабораторий по конкретным испытаниям или измерениям и мониторинг непрерывной деятельности лабораторий**;
  - е) **выявление проблем в лабораториях** и инициирование действий по их устранению, которые могут быть связаны, например, с неадекватными методиками испытания и измерения, эффективностью **обучения и контроля персонала или калибровкой оборудования**;
  - ж) обеспечение дополнительного доверия со стороны клиентов лаборатории;
  - з) выявление расхождений между лабораториями;
  - и) обучение участвующих лабораторий на основе результатов таких сравнительных испытаний;
  - к) поддержка указаний об эквивалентности измерений Национальных метрологических институтов через «ключевые сличения» и дополнительные сличения, проводимые от имени Международного бюро мер и весов (МБМВ) и соответствующих региональных метрологических организаций.

# **ЦЕЛЬ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧЕНИЙ**

## **Для провайдера**

**Оценить результаты участия лабораторий, осуществляющих анализ однотипных объектов.**

## **Для лабораторий**

**Демонстрация компетентности в части экспериментальной проверки.**

## **Для производителя ГСО**

**Корректировка деятельности и оценка качества утвержденных и разрабатываемых СО**

# ПРОБЛЕМЫ ПРОВЕДЕНИЯ МСИ

- Неэффективное проведение МСИ с использованием единого образца для МСИ в близко регионально расположенных лабораториях из-за искажения данных путем сверок полученных результатов
- Неадекватность матрицы образца.
- Нарушение правил испытания образца для МСИ (согласно прилагаемой инструкции)
- Причины неудовлетворительного участия лабораторий в МСИ нужно искать не только в некомпетентности лабораторий при выполнении испытаний образца, но и в возможных ошибках, связанных с качеством образца или отступлением от порядка исследования образца.

# РЕЙТИНГОВЫЙ ПОДХОД

- Для увеличения эффективности проведения МСИ группой сотрудников рабочего аппарата МСИ разработаны и усовершенствуются:
  - Программа оценки результатов МСИ по всем объектам испытаний (от введения результатов параллельных определений показателя в каждой лаборатории до Свидетельства об участии в МСИ),
  - Рейтинговый подход участия лабораторий в МСИ, основанный на расчете отношения суммы квадратов  $Z$  индексов к числу выполненных испытаний.

**Рейтинг – соревновательный показатель для лаборатории (показывает динамику участия в МСИ лаборатории на протяжении нескольких лет).**

**Позволяет увидеть лаборатории место в общем рейтинге.**

- Рейтинг нельзя принимать как показатель компетентности по следующим причинам:
  - Объем образца рассчитан только на 2 параллельных измерения определяемого показателя. В случае расхождения значений невозможно определить приемлемость измерений,
  - Возможна неадекватная основа объекту лаборатории,
  - Некорректность получения среднеаттестованного значения в лабораториях, расположенных в одном регионе.
- Сегодня рейтинг устанавливается на добровольной основе.

# ИТОГИ МСИ

По данным опубликованным в Журнале «Методы оценки соответствия» № 7, 2008 год авторами (сегодня сотрудниками ЗАО «Сибтехнология») С.Н. Ельдецова, Шут И.В., Шут Д.А., Шпаков С.В. (ФГУП «УНИИМ») и данным МСИ в ООО «Серволаб»

- **2004 год (нефть)** из 23 предприятий – только 1 со всеми удовлетворительными результатами (4,3%)
- **2005 год (нефть)** из 42 предприятий – 14 со всеми удовлетворительными результатами (33,3%)
- **2006 год (нефть)** из 52 предприятий – 31 со всеми удовлетворительными результатами (59,6%)
- **2007 год (нефть)** из 58 предприятий – 41 со всеми удовлетворительными результатами (70,7%)
  
- Опыт работы рабочего аппарата координатора МСИ в ООО «Серволаб»
  
- **2008 год (нефть и газовый конденсат)** из 64 предприятия - 52 со всеми удовлетворительными результатами (81,25%)
- **2009 год (нефть, газовый конденсат и нефтепродукты)** из 52 предприятий (по образцам для МСИ разного профиля) со всеми удовлетворительными результатами участвовали 42 лаборатории (82,69%)
- **2010 год (нефть, газовый конденсат и нефтепродукты)** 54 предприятия (по образцам для МСИ разного профиля) со всеми удовлетворительными результатами участвовали 54 (84,38%)
- **2011 год (первый тур) (нефть, газовый конденсат и нефтепродукты)** 72 предприятия (по образцам для МСИ разного профиля) со всеми удовлетворительными результатами участвовали 61 предприятие (84,8%).

## КОНТРОЛЬНЫЕ ОБРАЗЦЫ КОМПЛЕКСНОГО СОСТАВА И СВОЙСТВ ДЛЯ МСИ НЕФТЕПРОДУКТОВ в 2010г

- Бензин автомобильный - по 8 показателям.
- Дизельное топливо - по 16 показателям.
- Моторное масло - по 9 показателям.
- Турбинное масло - по 8 показателям.
- Масло компрессорное - по 6 показателям.
- Мазут топочный - по 5 показателям.

## КОНТРОЛЬНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ МСИ ГАЗОВОГО КОНДЕНСАТА, НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ в 2010, 2011 гг

- ГАЗОВЫЙ КОНДЕНСАТ - по 7 показателям.
- НЕФТЬ - по 10 показателям (3 комплекта контрольных образцов в зависимости от свойств нефти)
  - 1 комплект** - плотность до  $830 \text{ кг/м}^3$ , вязкость менее  $7 \text{ мм}^2/\text{с}$ ;
  - 2 комплект** - плотность более  $830 \text{ кг/м}^3$ , вязкость менее  $7-15 \text{ мм}^2/\text{с}$ ;
  - 3 комплект**- плотность более  $830 \text{ кг/м}^3$ , вязкость более  $15 \text{ мм}^2/\text{с}$

18 видов нефтепродуктов на отдельные показатели

## КОНТРОЛЬНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ МСИ ДОБАВЛЕННЫЕ В 2011 г

- **Масло трансмиссионное - по 6 показателям.**
- **Масло трансформаторное - по 8 показателям.**
- **Масло промышленное - по 8 показателям.**
- **2 вида нефтепродуктов на отдельные показатели.**

## ЧИСЛО УЧАСТНИКОВ МСИ

Наименование объекта	Число участников 2010г 64 предприятия (Россия)	Число участников 2011г 72 предприятия (7 Киргизия, 1 Казахстан, 64 Россия)
Бензин	18	<b>32</b>
Дизельное топливо	20	<b>34</b>
Масло моторное	14	<b>22</b>
Масло турбинное	7	5
Масло трансмиссионное	—	5
Масло компрессорное	5	5
Мазут топочный	11	5
Масло трансформаторное	—	5
Газовый конденсат	12	9
Нефть	31	<b>50</b>
Нефтепродукты	113	98
<b>ИТОГО:</b>	<b>231</b>	<b>270</b>

# 1. ИТОГИ МСИ

- Прирост востребованности, разработанных Провайдером, образцов для МСИ лабораториями различных регионов России и странах СНГ
- В процессе проведения проверок квалификации лабораторий заключены договора на 2012 гг. по проведению МСИ на ГСО одной и той же партии (производство ЗАО «Сибтехнология») провайдерами других регионов: ФГУП «УНИИМ», ФБУ «Татарстанский ЦСМ» и экспертной организацией «Удмуртский государственный университет» по объектам бензин, дизельное топливо, мазут топочный, что позволяет корректно проводить сличения образцов.
- На основании анализа полученных данных МСИ Провайдером вносятся корректировки в ранее утвержденные типы (сроки хранения, объем образца, замена тары) и утверждаются новые типы ГСО.

## 2. ИТОГИ МСИ

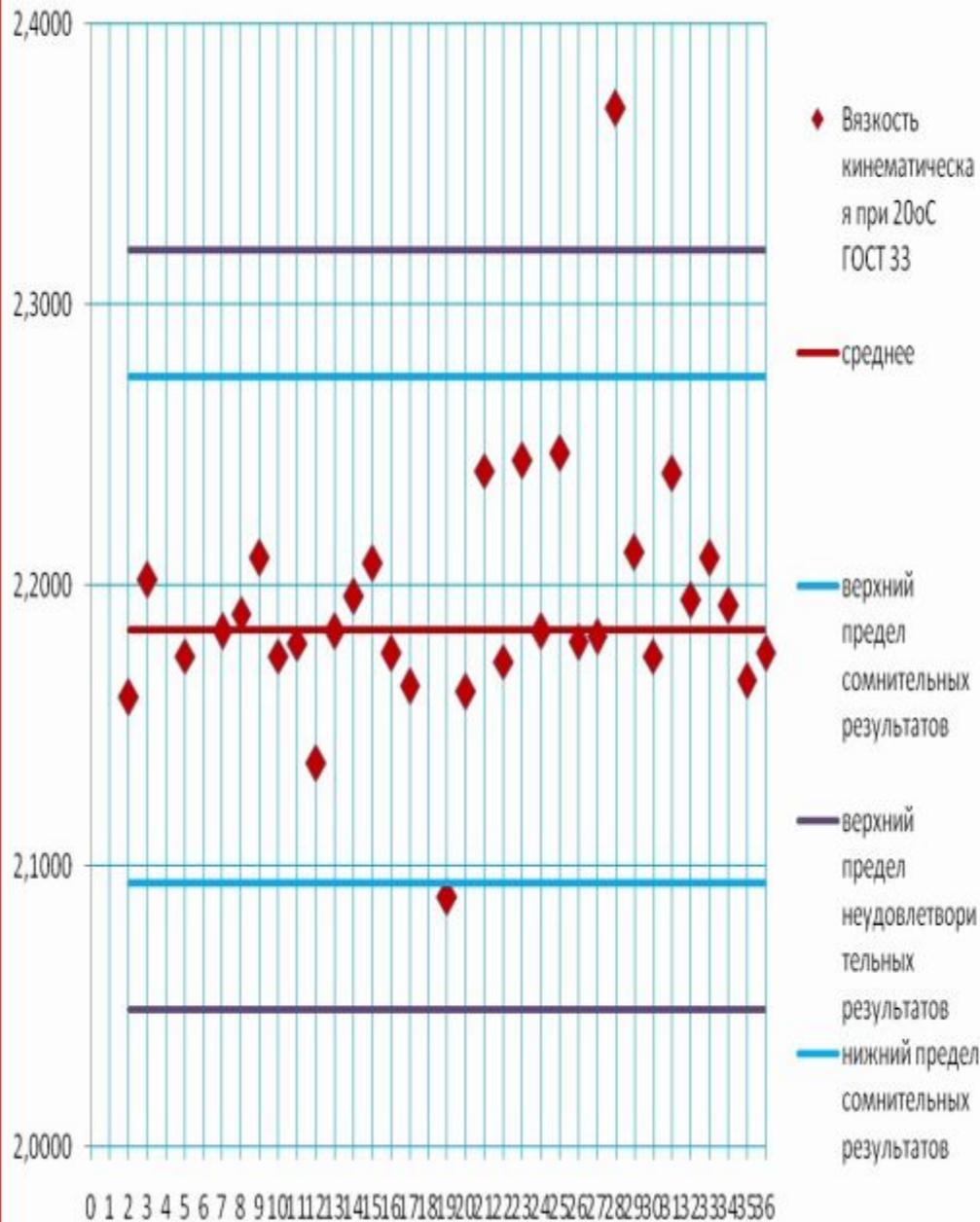
- Набранная статистика среднеквадратичных отклонений результатов испытаний нефти и нефтепродуктов в различных диапазонах методик, обоснованно позволяет обоснованно просить разработчика нормативной документации ВНИИ НП внести корректировку в методики измерений.
- Например: Таблицы распределения результатов измерений вязкости кинематической легкой нефти и дизельного топлива показывают метрологически необоснованное занижение приписанных характеристик в ГОСТ 33-2000 для «других нефтепродуктов». Использование СКО воспроизводимости метода для оценки результатов измерений этого показателя приводит к 50% неудовлетворительному участию лабораторий в МСИ. СКО, рассчитанное посредством МСИ превышает допустимое в 3,5 раза, что не противоречит характеристикам приведенным в **ASTM D 445 для неньютоновских жидкостей в ASTM, которые соответствуют «Остаточным жидким топливам» (ОЖТ) в (другим нефтепродуктам) по ГОСТ 33.**

Определяемость для ОЖТ – 1,7%

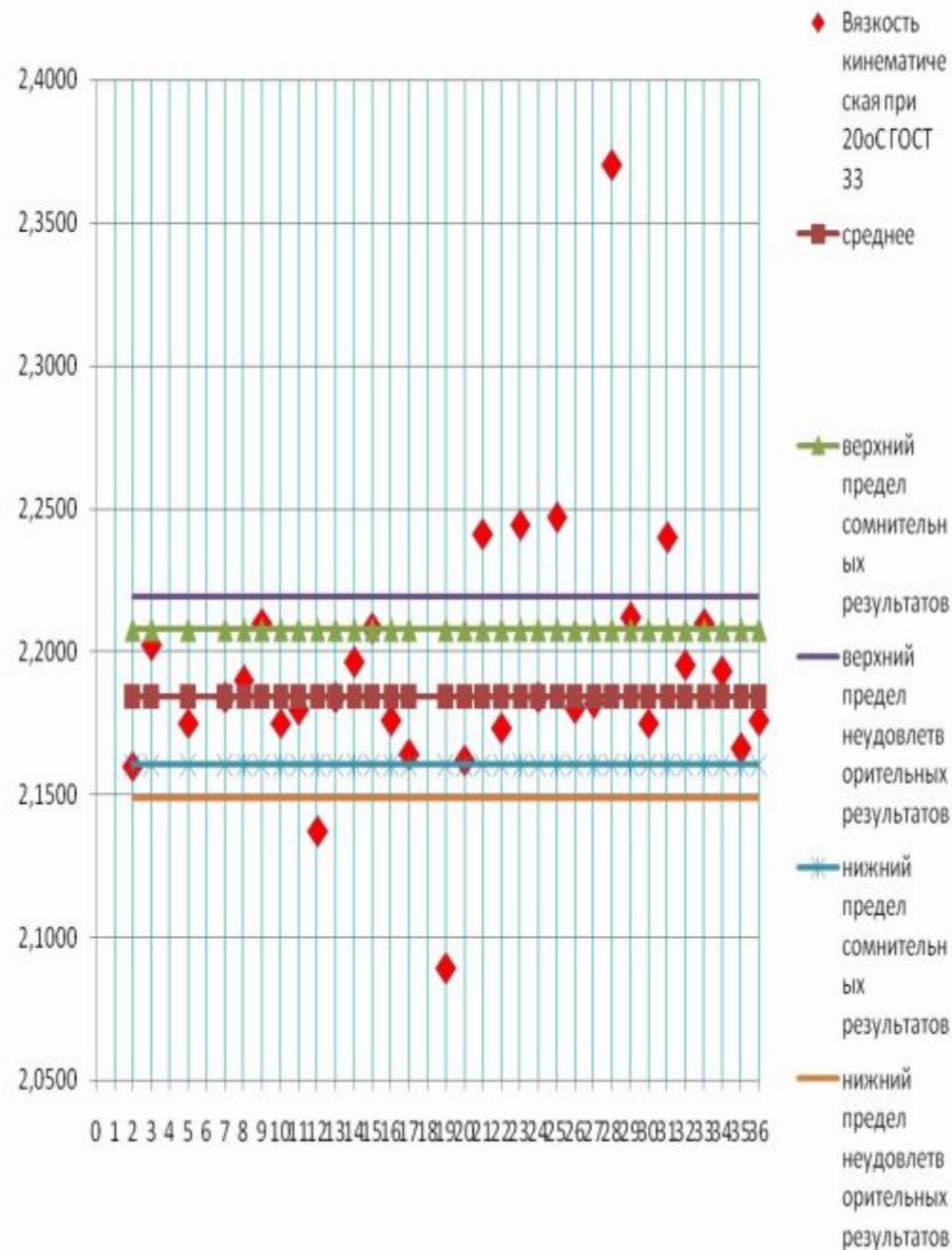
Сходимость для ОЖТ – 1,5%

Воспроизводимость для ОЖТ – 7,4%

Распределение результатов измерений вязкости кинематической дизельного топлива (СКО рассчитан по МСИ)



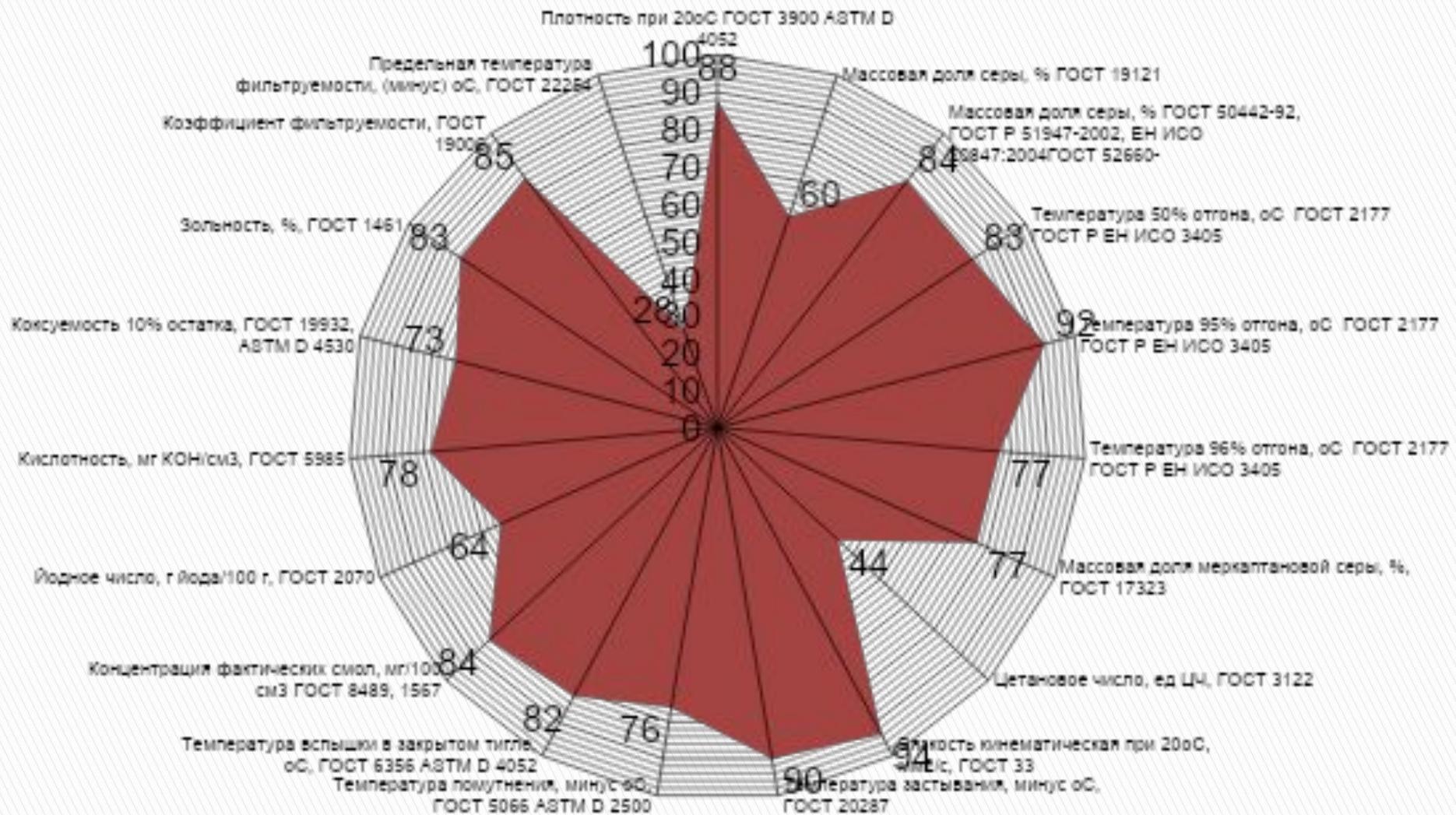
Распределение результатов измерений вязкости кинематической в дизельном топливе (СКО ГОСТ 33)



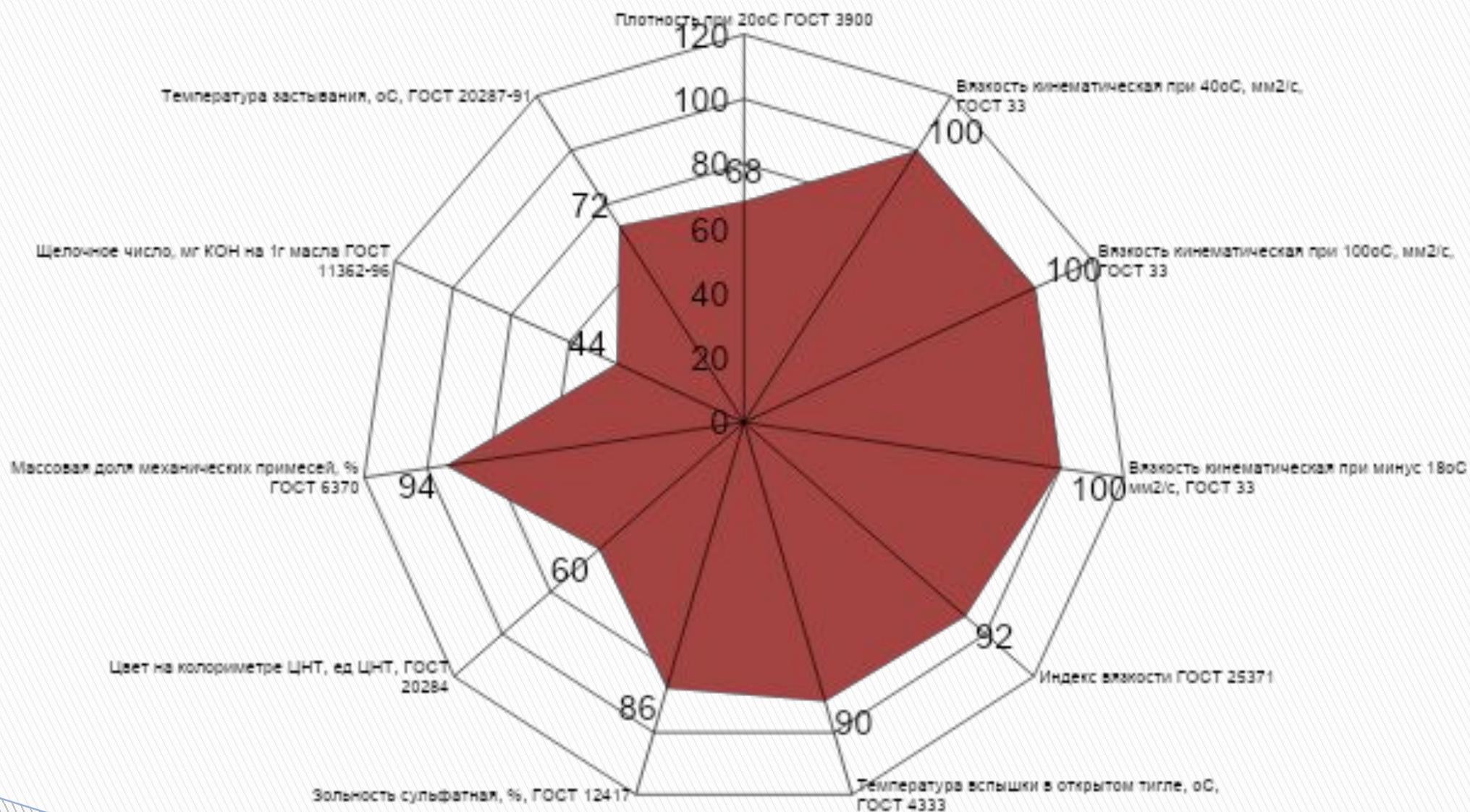
## 3. ИТОГИ МСИ

Представленные таблицы распределения результатов измерений показателей дизельного топлива показывают недостаточную уверенность лабораторий при определении показателей кислотности, щелочности и йодного числа. Лаборатории комментируют это неадекватностью применяемых ГСО по матрице объекта испытаний.

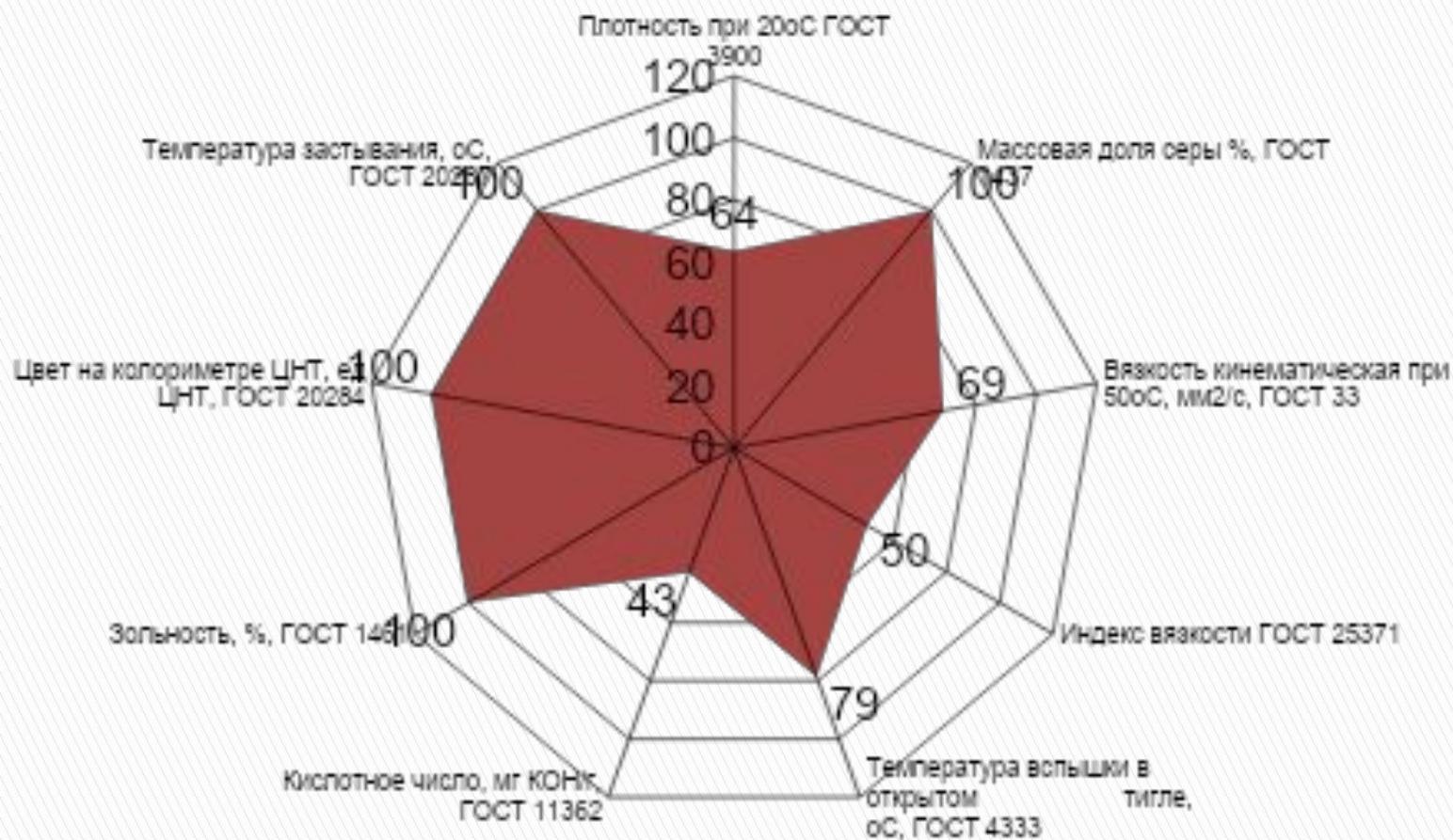
## ИТОГИ МСИ 2011 г (36 лабораторий России и СНГ) - дизельное топливо (% удовлетворительных результатов)



## ИТОГИ МСИ масло моторное (% удовлетворительных результатов)



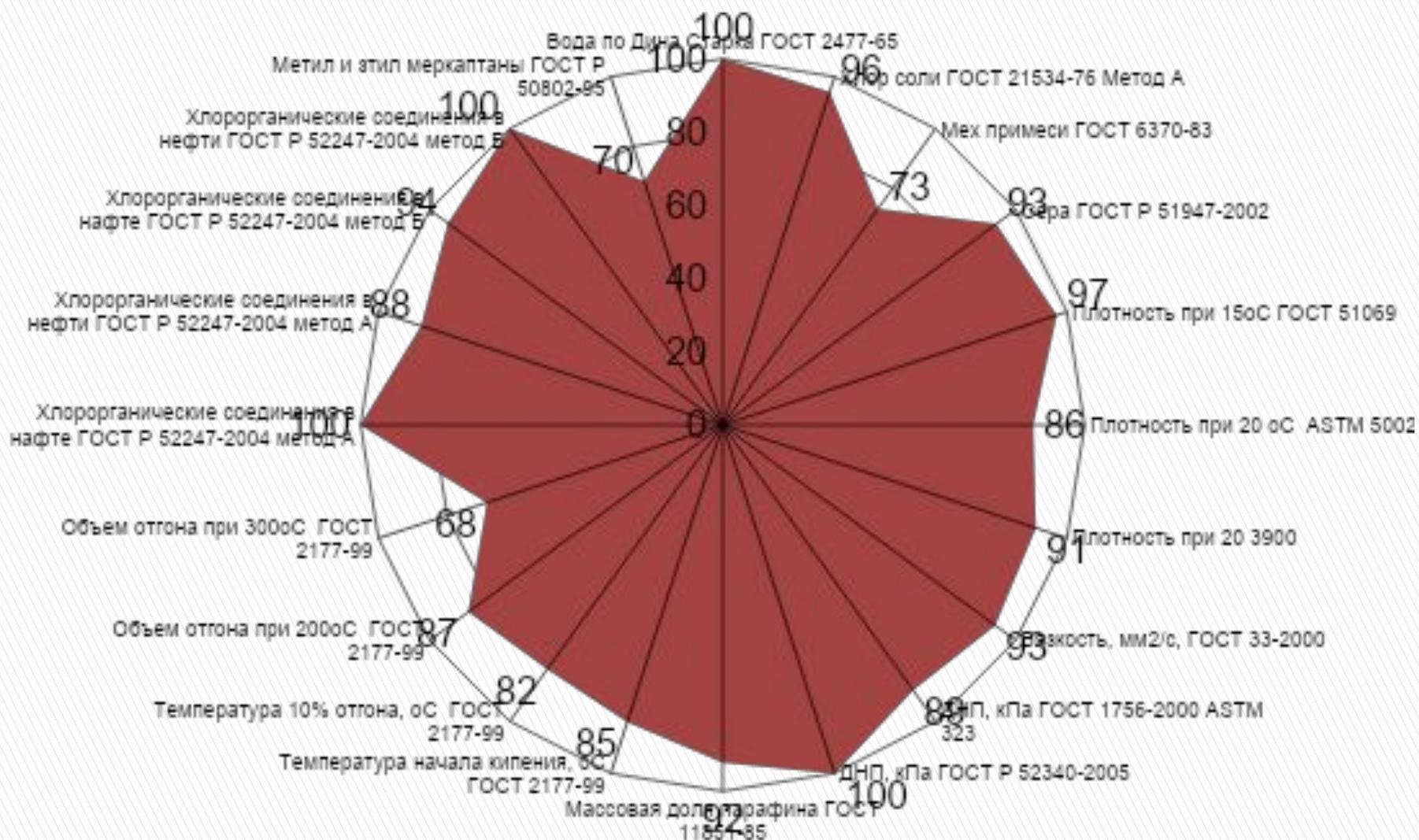
## ИТОГИ МСИ - масло турбинное (% удовлетворительных результатов)



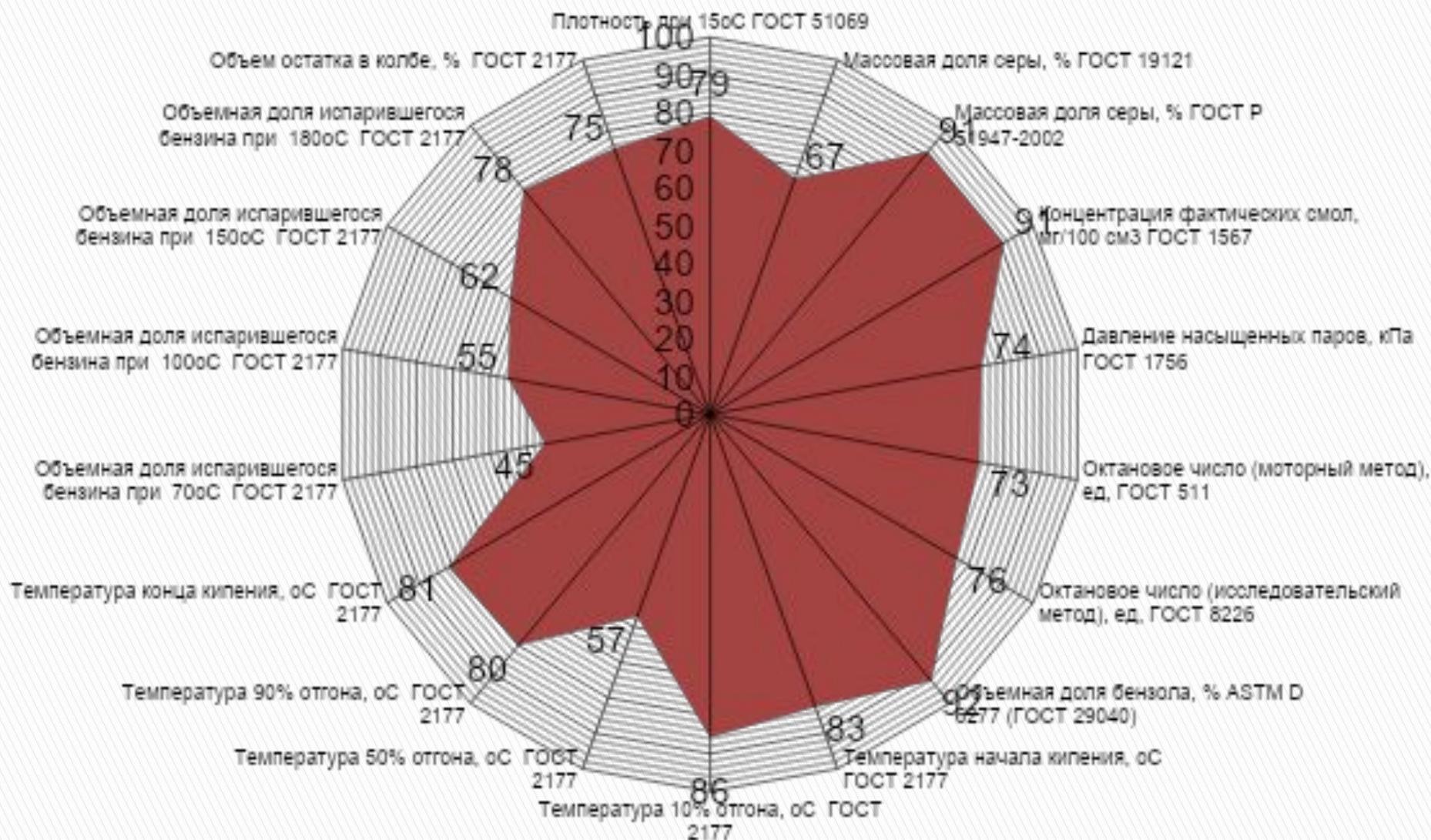
## 4. ИТОГИ МСИ

- Оптимально высокие результаты МСИ достигнуты при определении показателей нефти и бензина автомобильного, за исключением отгонов при разных температурах.
- Связано это с тем, что образец состава и свойств бензина автомобильного разработан достаточно недавно и в качестве СО лабораториями применялся мало.

## ИТОГИ МСИ 2011 г (56 лабораторий России) - нефть (% удовлетворительных результатов)



## ИТОГИ МСИ (27 лабораторий России и СНГ в 2011 г) - бензин автомобильный (% удовлетворительных результатов)



# ВЫВОДЫ

- Ответы на подавляющее большинство указанных методических вопросов содержатся в оригинальных текстах ASTM
- Предлагаем оформить от предприятия данные для внесения корректив в отечественные стандарты для решения данных вопросов (рекомендации ЗАО «Сибтехнология» и ООО «Серволаб», рекомендации лаборатории и отправить ходатайство во ВНИИ НП и Росстандарт и т.д.)
- Ряд вопросов, основанных на влиянии человеческого фактора, легко исключить использованием автоматических анализаторов.