



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОТЕРИ ТЕКУЧЕСТИ СЫРОЙ НЕФТИ

СТ РК АСТМ Д 5853-2010

ASTM D 5853-09 Standart Test Method for Pour point of Crude Oils (IDT)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН АО «Главное диспетчерское управление нефтяной и газовой промышленности».

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК № 58 «Нефть, газ, продукты их переработки, материалы, оборудование и сооружения для нефтяной, нефтехимической и газовой промышленности»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от «30» декабря 2010 года № 602-од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ASTM D 5853-09 Standard Test Method for Pour point of Crude Oils (Стандартный метод испытаний для определения температуры потери текучести сырой нефти), официальной версией является текст на государственном и русском языках.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2015 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВЗАМЕН СТ РК 1530-2006

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

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

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	2
4	Сущность метода испытания	3
5	Значение и использование	3
6	Оборудование	3
7	Реагенты и материалы	6
8	Отбор проб, образцы для испытаний и контрольные образцы	7
9	Процедура	7
10	Расчет и отчет	12
11	Точность и погрешность	12
	Приложение X1 (информационное) Руководство по обработке проб	14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ИСПЫТАНИЙ
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ
ПОТЕРИ ТЕКУЧЕСТИ СЫРОЙ НЕФТИ**

Дата введения 2012-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два метода испытаний для определения температур застывания сырой нефти ниже минус 36 °С. Процедура А представляет измерение максимальной (верхней) температуры застывания по 9.1. Процедура В представляет измерение минимальной (нижней) температуры застывания по 9.2.

Настоящий стандарт распространяется на методы испытаний только для сырой нефти. Температуры потери текучести других нефтепродуктов могут определяться в соответствии с ASTM D 97.

Настоящий стандарт не предусматривает описание всех факторов опасности (при наличии таковых), связанных с его применением. Пользователь стандарта является ответственным лицом за принятие соответствующих мер предосторожности, применение безопасных методов работы, а также определение применимости соответствующих нормативных ограничений перед использованием настоящей методики. Специальные меры предосторожности приведены в Разделе 7.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 «Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан».

ASTM D 97-2009* Test method for Pour Point of Petroleum Products (Метод испытаний для определения потери текучести нефтепродуктов).

ASTM D 130-2004* Test method for Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Strip Test (Метод испытаний для определения коррозионной активности меди от нефтепродуктов).

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

ASTM D 323-2008* Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method) (Метод испытаний для определения давления пара нефтепродуктов (Метод Рейда)).

ASTM D 4057-2006* Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (Методика для ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов).

ASTM D 4177-1995(2010)* Practice for Automatic of Petroleum and Petroleum Products (методика для автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов).

ASTM E 1-2007* Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers (Спецификация для стеклянных жидкостных термометров ASTM).

ASTM E 77-2003(2010)* Test Method for Inspection and Verification of Thermometers (Метод испытаний для проверки и контроля термометров).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Максимальная (верхняя) температура потери текучести (maximum (upper) pour point, n): Температура потери текучести, полученная после того, как испытательный образец подвергся предусмотренной обработке, предназначенной для усиления застывания кристаллов парафина и затвердевания испытательного образца.

3.2 Минимальная (нижняя) температура потери текучести (minimum (lower) pour point, n): Температура потери текучести, полученная после того, как испытательный образец подвергся предусмотренной обработке, предназначенной для замедления застывания кристаллов парафина и затвердевания испытательного образца.

3.3 Температура потери текучести (pour point, n): Самая низкая температура, при которой движение образца прослеживается в установленных условиях испытания.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

4 Сущность метода испытания

4.1 После предварительного нагрева, образец охлаждается с определенной скоростью и с интервалом 3 °С для определения характеристик потока. Самая низкая температура, при которой прослеживается движение образца, записывается как температура потери текучести.

5 Значение и использование

5.1 Температура потери текучести пробы нефти является показателем самой низкой температуры для определенного применения по удобнoобработываемости.

5.2 Данный метод определения температуры потери текучести является методом, специально разработанным для сырой нефти.

5.3 Максимальная и минимальная температуры потери текучести представляют температурный интервал, в котором сырая нефть, в зависимости от ее термического состояния, может существовать в жидкой или в твердой фазах.

5.4 Настоящий стандарт может использоваться в качестве дополнения к другим измерениям режима потока в холодном состоянии. Он особенно подходит для просмотра модификаторов влияния парафина на режим потока сырой нефти.

6 Оборудование

6.1 Испытательная установка для определения температуры потери текучести (см. Рисунок 1):

6.1.1 Сосуд для испытания, цилиндрической формы с плоским дном из прозрачного стекла, наружным диаметром от 33,2 мм до 34,8 мм и высотой от 115 мм до 125 мм. Внутренний диаметр сосуда может варьироваться от 30,0 мм до 32,4 мм, с условием, что толщина стенок не более 1,6 мм. На сосуде должна быть обозначена линия, указывающая высоту заполнения его пробой нефти и расположенная на расстоянии (54±3) мм от внутренней поверхности дна. Внутренняя сторона сосуда для испытания (выше отметки) должна быть чистой и без царапин.

6.1.2 Термометры, имеющие диапазон, и соответствующие требованиям ASTM E 1 для термометров, приведены ниже:

Термометр	Термометр		
	Температура	Номер термометра	
	Предел	ASTM	IP
Высокая температура помутнения и текучесть	от минус 38 °С до 50 °С	5 С	1 С

Термометр	Термометр		
	Температура	Номер термометра	
	Предел	ASTM	IP
Низкая температура помутнения и текучесть	от минус 80 °С до 20 °С	6 С	2 С
Температура плавления	от 32 °С до 127 °С	61 С	63 С

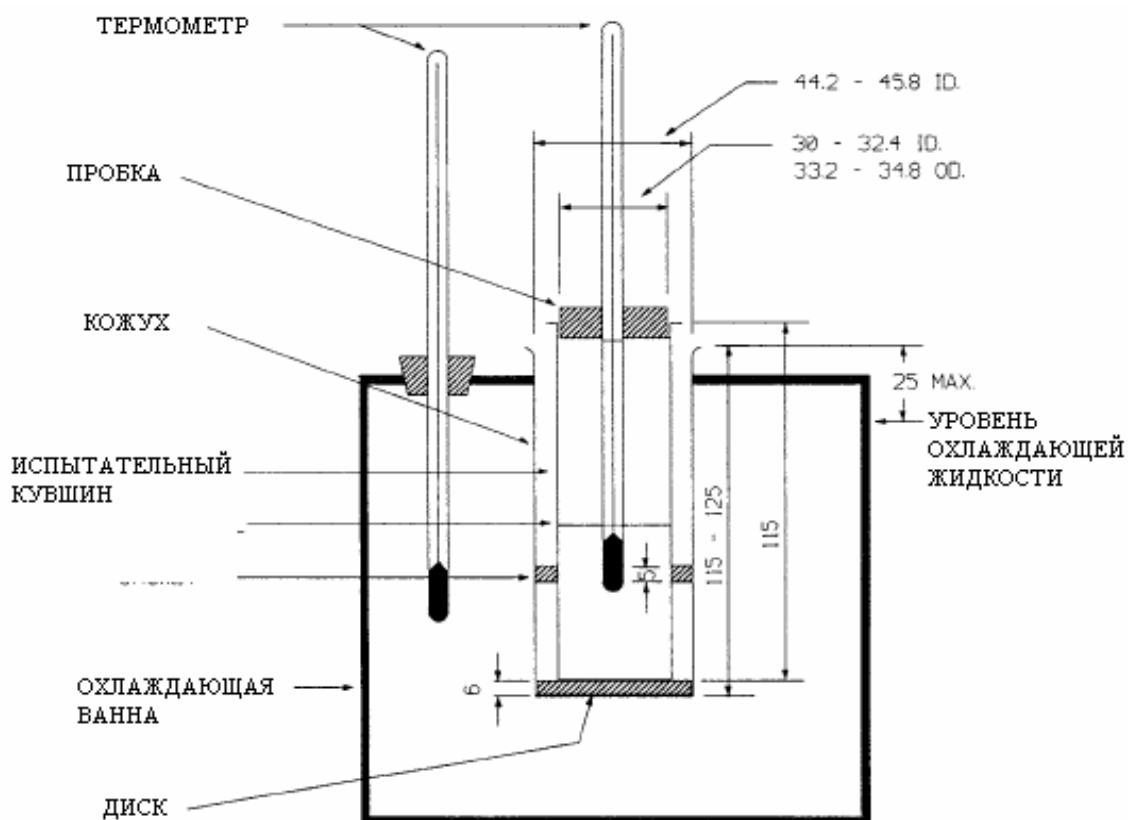


Рисунок 1 - Оборудование для испытания температуры потери текучести

ПРИМЕЧАНИЕ Размеры в миллиметрах (не для измерения).

6.1.2.1 Непосредственно перед испытанием необходимо проверить термометры на целостность. Допускается использовать термометры только с точностью ± 1 °С по ASTM E 77.

6.1.3 Пробка соответствующего диаметра для цилиндрического сосуда с отверстием в центре для термометра

6.1.4 водонепроницаемый кожух цилиндрической формы из стекла или металла с плоским дном глубиной (115 ± 3) мм и внутренним диаметром от 44,2 мм до 45,8 мм. Кожух должен крепиться в вертикальном положении в

охлаждающей бани по 6.1.7 так, чтобы не более 25 мм его высоты выступало над охлаждающей средой, также должна предусматриваться возможность чистки корпуса.

6.1.5 Диск из пробки или войлока толщиной 6 мм и диаметром, равным внутреннему диаметру кожуха;

6.1.6 Прокладка из резины, кожи или другого материала, способного сохранять свою форму, плотно прилегающая к наружной поверхности сосуда и свободно входящая в кожух. Прокладка должна предохранять сосуд от соприкосновения с кожухом.

6.1.7 Баня или бани, типа, подходящего для получения необходимых температур. Размер и форма бани являются выборочным аспектом, но опора для удержания корпуса в вертикальном положении является обязательной. Температура бани проверяется с помощью соответствующего термометра по 6.1.2 или любого другого устройства для измерения температуры, измеряющего и отображающего рассчитанную температуру с требуемой точностью и прецизионностью. Требуемые температуры бань могут быть получены путем искусственного охлаждения или соответствующими охлаждающими смесями и должны сохранять рассчитанные температуры в пределах $\pm 1,5$ °C. Охлаждающие смеси, обычно используемые для температур бань приведены в Таблице 1.

Таблица 1 - Охлаждающие смеси и температуры бань

Температура бани	
Лед и вода	$(0 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$
Колотый лед и кристаллы хлорида натрия, или ацетон или лигроин (см. Раздел 7) с сухим льдом, добавленным для получения желаемой температуры	$(- 18 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$
Ацетон или лигроин (см. Раздел 7) с сухим льдом, добавленным для получения желаемой температуры	$(- 33 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$
Ацетон или лигроин (см. Раздел 7) с сухим льдом, добавленным для получения желаемой температуры	$(- 51 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$
Ацетон или лигроин (см. Раздел 7) с сухим льдом, добавленным для получения желаемой температуры	$(- 69 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$

6.2 Водяная баня

Размер и форма бани являются выборочным аспектом, но требуется опора для удержания испытательного сосуда погруженным в баню над высотой пробы в сосуде для испытаний, и четкое удерживание ее в вертикальной позиции. Требуемая температура бани может поддерживаться любыми подходящими способами, только в том случае, если есть

СТ РК АСТМ Д 5853-2010

возможность проверять и регулировать температуру до обозначенной температуры ($\pm 1^{\circ}\text{C}$ по 9.1.4, 9.2.4).

6.3 Сосуд высокого давления, изготовленный из нержавеющей стали, согласно размерам, данным на Рисунке 2, должен выдерживать испытательное давление 700 кПа. Альтернативные конструкции для сосуда высокого давления и синтетические резиновые прокладки могут использоваться, только если внутренние размеры сосуда высокого давления те же, что даны на Рисунке 2.

ПРИМЕЧАНИЕ Данный сосуд высокого давления соответствует сосуду высокого давления по ASTM D 130.

6.4 Регулятор времени, допускающий измерение свыше 30 с, с разрешением как минимум 0,1 с и точностью 0,2 с.

7 Реагенты и материалы

7.1 Следующие растворители технического сорта подходят для использования в банях с низкой температурной средой:

7.1.1 Ацетон

ПРИМЕЧАНИЕ Крайне огнеопасен.

7.1.2 Бензинолигроиновая фракция

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Воспламеняющаяся. Вредные пары.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Типичная бензинолигроиновая фракция, используемая для очистки – это нефтя VM и P.

7.2 Толуол, технический сорт

ПРИМЕЧАНИЕ Огнеопасен. Вредные пары.

7.3 Сухой лед

ПРИМЕЧАНИЕ Очень холодный – минус $78,5^{\circ}\text{C}$.

7.4 Кристаллы хлористого натрия

ПРИМЕЧАНИЕ Подходит хлористый натрий промышленного или технического сорта.

8 Отбор проб, образцы для испытаний и контрольные образцы

ПРИМЕЧАНИЕ Отбор проб определяется как все этапы, необходимые для получения части содержимого любого трубопровода, резервуара или другой системы и помещение образца в контейнер для лабораторного исследования.

8.1 Лабораторная проба

Большое значение имеет тот факт, что образец, полученный лабораторией, является образцом для партии или большого количества сырой нефти, из которой он был взят. Получение таких представительных образцов приведены в ASTM D 4057 и ASTM D 4177.

8.2 Подготовка образцов для испытаний

Температура потери текучести сырой нефти очень чувствительна к малому количеству высокоплавких парафинов. Проявите особое внимание в принятии необходимых мер безопасности для того чтобы такие парафины, если они имеются, полностью расплавились или, если ограничители летучести препятствует нагреванию до полного плавления, однородно отложились в образце (см. Приложение X1). Внимательно осмотрите стенки исходного контейнера, чтобы убедиться, что никакой высокоплавкий материал не прилип к стенкам.

ПРИМЕЧАНИЕ Невозможно определить общие обязательные правила для подготовки испытательных образцов сырой нефти. Руководства по обработке проб для общих ситуаций приведены в Приложении X1.

9 Процедура

9.1 Процедура А для максимальной (высшая) температуры потери текучести

9.1.1 В сосуд для испытания наливают пробу нефти до отметки уровня таким образом, чтобы она не растекалась по стенкам. Если необходимо, пробу предварительно нагревают до температуры на 20 °C выше предполагаемой температуры потери текучести (см. 8.2 и Приложение X1), но не выше 60 °C

ПРИМЕЧАНИЕ Давление пара сырой нефти при температурах выше 60 °C как правило будет превышать 100 кПа. Вследствие этого контейнер для образца может разорваться. Открытие контейнера может вызвать вспенивание, что приведет к потери образца, и возможному нанесению вреда персоналу.

9.1.2 После заполнения сосуда пробой нефти в него быстро вставляют пробку, поддерживая термометр для определения температуры помутнения и температуры текучести, если предполагаемая температура потери текучести выше 36°C , термометр для определения температуры плавления. Устанавливают пробку и термометр так, чтобы пробка сидела плотно, термометр проходил по оси сосуда, а шарик термометра был погружен на такую глубину, чтобы начало капилляра находилось на 3 мм ниже поверхности испытуемой пробы.

9.1.3 Если нефть предварительно была нагрета, сосуд с пробой выдерживают не менее 24 часов при комнатной температуре от 18°C до 24°C .

ПРИМЕЧАНИЕ температура потери текучести сырой нефти зависит от уровня кристаллизации парафина в испытательном образце. В сырой нефти, достижение баланса между кристаллическим парафином и расплавленным парафином является довольно долгим процессом. Однако опыт показывает, что в большинстве случаев, такой баланс достигается в течении 24 ч.

9.1.4 Если ожидаемая температура потери текучести нефти выше 36°C , пробу нагревают до температуры на 9°C выше ожидаемой температуры потери текучести. Если ожидаемая температура потери текучести нефти ниже 36°C , пробу нагревают до температуры $(45 \pm 1)^{\circ}\text{C}$. Для этого водяную баню нагревают (см. 6.2) до температуры $(48 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ или до температуры на 12°C выше ожидаемой температуры потери текучести (в зависимости от того, какая из них выше) и помещают туда сосуд с термометром.

9.1.4.1 Как только испытательный образец достигнет необходимой температуры, удалите пробку, поддерживающую термометр, и аккуратно помешайте испытательный образец лопаточкой или другим похожим прибором. Обратно вставьте пробку, поддерживающую термометр (см. 9.1.2).

9.1.5 Проверяют, чтобы диск, прокладка и внутренняя сторона кожуха прибора для проведения испытания были сухими и чистыми. Помещают диск на дно кожуха. Закрепляют кожух в охлаждающую баню не менее чем за 10 мин до того, как в него поместят сосуд с пробой. Допускается закрыть кожух крышкой. Убирают сосуд для испытания из водяной бани и просушите тонкой тканью. Надевают на сосуд для испытания кольцообразную прокладку таким образом, чтобы она была расположена на расстоянии 25 см от дна сосуда. Вставляют сосуд в кожух, помещают в охлаждающую баню с температурой 21°C и наблюдают за температурой потери текучести. Запрещается помещать сосуд непосредственно в охлаждающую среду.

9.1.6 Необходимо наблюдать за тем, чтобы не взболтать массу испытательного образца, не допускается термометру опуститься в испытательный образец; любое повреждение ячеистой сетки кристаллов

парафина приведет к низкой температуре потери текучести и неверным результатам (см. Примечание).

ПРИМЕЧАНИЕ С темноокрашенными материалами, такими как сырая нефть невозможно наблюдать, в сосуде для испытания, начало процесса кристаллизации и образование сетки в испытательном образце. Поэтому исходят из того, что образование сетки начнется на самых ранних стадиях охлаждения.

9.1.7 Температура потери текучести выражается в температурах, которые могут быть положительными или отрицательными через каждые 3 °С. Определение температуры потери текучести нефти (изменение внешнего вида пробы нефти) начинают не менее , чем за 9 °С от величины предполагаемой температуры потери текучести (через каждые 3 °С). Через каждые 3 °С осторожно вынимают сосуд из кожуха и проверяют подвижность пробы при его наклоне. Если наблюдается движение, сразу же возвращают сосуд для испытаний в корпус. Если движение образца в сосуде не наблюдается, ставят обратно сосуд в кожух и повторяют испытание на текучесть при температуре, ниже на 3 °С. При необходимости (для улучшения видимости), вытирают сосуд тканью, смоченной в спирте при температуре, равной температуре пробы в сосуде. Полный цикл, при котором сосуд извлекают из кожуха и помещают на место, не должен превышать 3 секунды.

9.1.7.1 Если при достижении температуры 30 °С еще наблюдается подвижность нефти, сосуд переносят в охлаждающую баню с более низкой температурой в следующем порядке:

- 1) Если проба находилась при температуре 30 °С, ее переносят в охлаждающую баню с температурой 0 °С;
- 2) Если проба находилась при температуре 9 °С, ее переносят в охлаждающую баню с температурой минус 18 °С;
- 3) Если проба находилась при температуре минус 9 °С , ее переносят в охлаждающую баню с температурой минус 33 °С;
- 4) Если проба находилась при температуре минус 24 °С, ее переносят в охлаждающую баню с температурой минус 51 °С.

9.1.7.2 Как только прекращается текучесть нефти, сосуд устанавливают в горизонтальное положение и наблюдают за поведением пробы в течение 5 с, согласно прибором точного расчета времени по 6.4. Если в течение 5 с (измерение проводят таймером) будет обнаружено какое-либо смещение поверхности нефти, сосуд с пробой немедленно помещают в кожух и повторяют испытание при температуре на 3 °С ниже предыдущей.

Размеры в миллиметрах

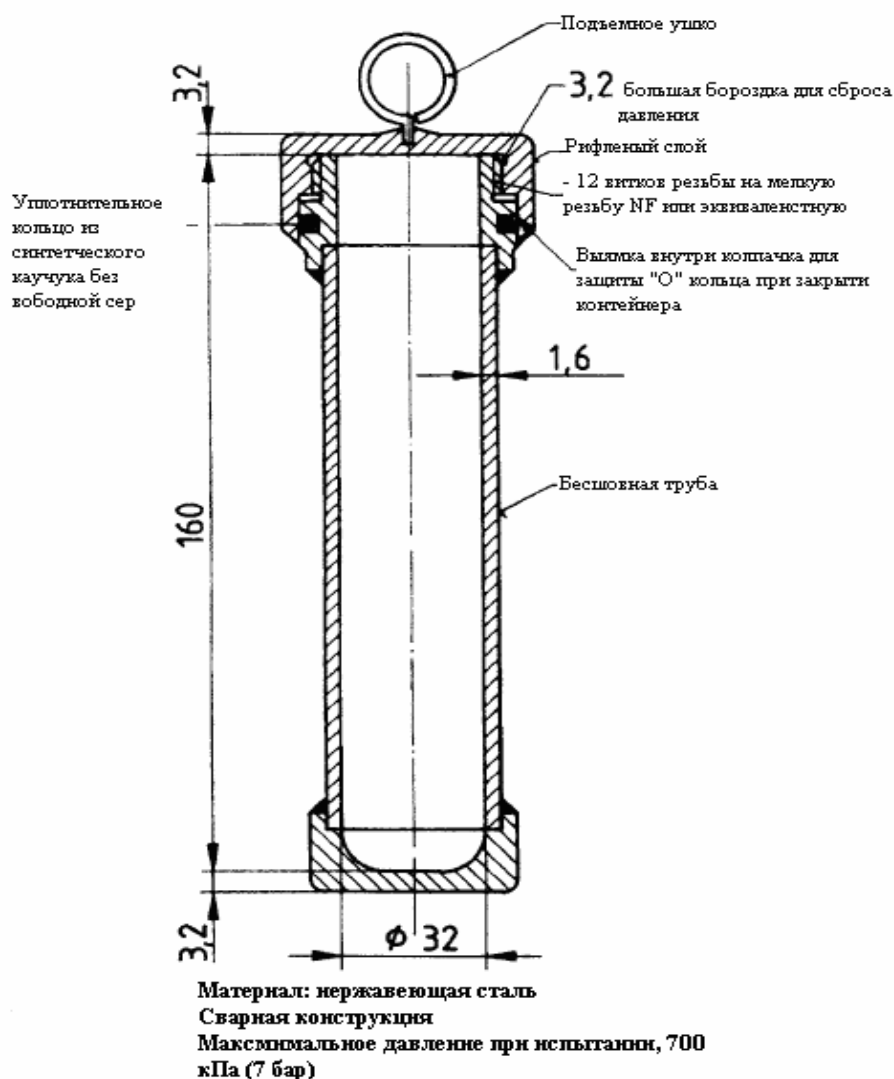


Рисунок 2 - Сосуд высокого давления

9.1.8 Испытание продолжают до достижения такого момента, при котором проба не течет, если сосуд находится в горизонтальном положении в течение 5 секунд. Записывают полученное показание термометра.

9.1.8.1 Если проба нефти при достижении температуры минус 36 °С не потеряла текучесть, испытания прекращают.

ПРИМЕЧАНИЕ Чтобы определить соответствие существующим спецификациям, имеющим ограничения температуры потери текучести при температурах, через каждые 3 °С, допускается проведения измерения температуры потери текучести, в соответствии со следующим планом. Начинают изучать испытательный образец, когда температура испытательного образца на 9 °С выше температуры потери текучести спецификации.

Продолжают наблюдение с интервалом в 3 °С, по 9.1.6 и 9.1.7, пока не будет достигнута температура потери текучести спецификации. Записывают образец, как попадающий или не попадающий в пределы спецификации.

9.2 Процедура В для минимальной (низшая) температуры потери текучести

9.2.1 Наливают 50 г испытательного образца в чистый сосуд высокого давления по 6.3. При необходимости, повторно нагревают образец до температуры, на 20 °С выше ожидаемой температуры потери текучести (см. 8.2 и Приложение X1), но не выше 60 °С.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Давление пара сырой нефти при температурах выше 60 °С как правило будет превышать 100 кПа. Вследствие этого, контейнер для образца может разорваться. Открытие контейнера может вызвать вспенивание, что приведет к потере образца и возможному нанесению вреда персоналу. Проверяют наличие резинового кольца и плотного закрытия крышки.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Сосуд высокого давления может чиститься любым подходящим растворителем, при условии, что растворитель способен растворять остатки высокоплавкого парафина и асфальтена. Подходящим растворителем горячий толуол (100 °С).

9.2.2 Нагревают сосуд высокого давления в масляной бане или другим соответствующим способом до температуры (105 ± 2) °С и оставляют при этой температуре как минимум на 30 мин.

9.2.3 Вынимают сосуд высокого давления из масляной бани, протирают и сушат поверхность сосуда высокого давления, осторожно размещают до однородного содержимого и оставляют сосуд ВД охлаждаться при комнатной температуре на 20 мин.

9.2.4 Осторожно открывают сосуд высокого давления и перемещают образец в сосуд для испытания, наполняя до отметки уровня сосуда для испытания и повторно нагревают в водяной бане по 6.2, поддерживая температуру (48 ± 1) °С.

ПРИМЕЧАНИЕ Через 20 мин при температуре окружающей среды, температура испытательного образца будет приблизительно 50 °С. Давление пара при такой температуре может превысить 100 кПа. Вследствие этого, неосторожное открытие сосуда высокого давления может привести к вспениванию, что в свою очередь приведет к потере образца и возможному нанесению вреда персоналу.

9.2.5 После заполнения сосуда пробой нефти в него быстро вставляют пробку, поддерживая термометр для определения температуры помутнения и температуры текучести, если предполагаемая температура потери текучести выше 36 °С, термометр для определения температуры плавления. Устанавливают пробку и термометр так, чтобы пробка сидела плотно,

термометр проходил по оси сосуда, а шарик термометра был погружен на такую глубину, чтобы начало капилляра находилось на 3 мм ниже поверхности испытуемой пробы.

9.2.6 Далее испытание продолжают по 9.1.5, 9.1.6, 9.1.7 и 9.1.8.

10 Расчет и отчет

10.1 За максимальную температуру потери текучести, Процедуры А принимают температуру, полученную округленную до целой величины, и прибавляют к ней 3 °С и записывают по 9.1.8 или минимальной температуре потери текучести, Процедуры В, если выполнять испытания согласно 9.2.

10.2 Если испытание было прервано согласно 9.1.8.1, температуру потери текучести записывают как не менее минус 36 °С.

11 Точность и погрешность

11.1 Следующие критерии используются для оценивания приемлемости результатов (достоверность 95%):

11.1.1 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором, на одной и той же аппаратуре, при постоянных условиях работы и идентичности испытуемого материала, будет превышать следующее значение только в одном случае из двадцати.

Процедура	Повторяемость °С	(округленное)
А (мах)	3.1	(3)
В (мин)	5.8	(6)

11.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя результатами испытания, полученными различными операторами, работающими в различных лабораториях на различном оборудовании с использованием идентичного испытуемого материала, будет превышать следующее значение только в одном случае из двадцати.

Процедура	Воспроизводимость °С	(округленное)
А (мах)	18.0	(18)
В (мин)	22.0	(21)

11.2 Погрешность

Процедура в настоящем методе испытаний не имеет погрешности, так как значение температуры потери текучести определяется только в рамках настоящего метода испытания.

Приложение X1
(информационное)

Руководство по обработке проб

X1.1 Введение

X1.1.1 Отбор проб сырой нефти из трубопроводов, резервуаров, баржей или ходовых частей, в достаточной степени устанавливает соответствующими протоколами по отбору проб, по ASTM D 4057 и ASTM D 4177.

X1.1.2 Данное руководство охватывает отбор проб из контейнеров, представленный для анализа аналитической лаборатории. Оно охватывает обработку образцов, начиная с точки, при которой они извлекались или брались, и использованием на лабораторной испытательной установке или хранением образца. Оно предназначено, чтобы гарантировать, что характер и целостность образцов сохраняться как можно дольше.

X1.1.3 Метод обработки образца будет зависеть от поставленной цели. Используемый лабораторный аналитический метод часто требует специальной процедуры обработки, соответствующий методу. Поэтому необходимо обращаться к соответствующим методам испытания, чтобы давать лицу, извлекающему образец, любые необходимые инструкции, например, относительно обработки образца. Если применяемые аналитические процедуры противоречат требованиям, часто в случаях с сырой нефтью, извлекайте отдельные образцы и применяйте соответствующую процедуру к каждому образцу.

X1.1.4 Проявлять осторожность при отборе проб сырой нефти необходимо по следующим причинам:

X1.1.4.1 Она содержит летучие вещества, и вследствие испарения может произойти потеря;

X1.1.4.2 Она содержит воду или осадочные отложения, или и то и другое, и поэтому имеет склонность к отделению в контейнере для образцов;

X1.1.4.3 Если она не храниться при соответствующей высокой температуре, может произойти оседание парафина на стенках контейнера или отложение парафина.

X1.1.5 Когда составляются смешанные пробы, примите соответствующие меры предосторожности, чтобы не потерять легкие фракции нефти и обеспечить однородность смешанных образцов.

X1.1.6 Если образцы сырой нефти испытываются для определения давления насыщенных паров, плотности или для другого испытания, в котором сохранение легких фракций нефти является обязательным, сначала

должны быть взяты выборки из выборки для данных методов испытаний, до того, как другие процедуры по обработке образцов будут применяться для отбора проб для прочих испытаний, таких как испытание на определение температуры потери текучести.

X1.1.7 Никогда выборка из выборки сырой нефти в пластиковых контейнерах или другом контейнере не удержит газы или легкие материалы и она не может нагреваться без деформации.

X1.2 Нагревание образцов

X1.2.1 Сырая нефть, хранящаяся при температурах ниже ее температуры помутнения, покажет оседание парафина на стенках контейнера для образца. Парафин, извлеченный из раствора, будет преимущественно высокоплавким парафином. Это тот тип парафина, который имеет самое выраженное влияние на температуру потери текучести сырой нефти, в то же время, ему само трудно повторно растворить или диспергировать в сырой нефти. Поэтому соответствующая обработка образцов до взятия выборки из выборки для определения температуры потери текучести крайне важна для получения достоверных результатов относительно температуры потери текучести сырой нефти.

X1.2.2 Чтобы достичь полного растворения парафина, нагревают образцы сырой нефти до температуры выше температуры начала парафинообразования. Однако это значение не является общепризнанным. В качестве эмпирического метода, температура, на 20 °C выше предполагаемой температуры потери текучести, обычно удовлетворяет требованию к температуре помутнения, хотя и бывают исключения.

X1.2.3 Подавляющее большинство сырой нефти показывает значительное давление насыщенных паров, даже при температуре окружающей среды. Непригодной сырая нефть обычно становится при давлении насыщенных паров 50 кПа по ASTM D 323, RVP при 37.8°C. Однако иногда происходит и отмечается высокая упругость паров по рейду (RVP) сырой нефти (80 кПа). До начала испытания, никогда не допускают нагревание образца сырой нефти до температуры выше 60 °C или до температуры выше температуры начала кипения (давление насыщенных паров более 100 кПа). В качестве эмпирического метода, давление насыщенных паров удваивается при каждом повышении температуры на 20 °C.

X1.3 Гомогенизация образцов

X1.3.1 Соответствующие средства и эффективность смешивания для получения однородности, помимо физических свойств (например, вязкости) сырой нефти, зависят от вместимости и формы контейнера, в котором сырая нефть поступает в лабораторию. Фактически невозможно приспособиться к каждой вероятности и достичь оптимальных результатов при всех данных обстоятельствах. Предоставляются руководства, которые на практике были утверждены для достижения наилучших возможных результатов по общим ситуациям.

X1.3.2 Бочка, от 15 л до 200 л

Наиболее эффективным способом достижения гомогенизации является перемешивание содержимого бочки на роликовом вале в горячей комнате при температуре от 40 °C до 60 °C в течение 48 ч (см. X1.2.3). В качестве варианта, держат бочку при температуре на 20 °C выше ожидаемой температуры потери текучести в течение 48 ч (см. X1.2.3) и вращают бочку по меньшей мере 15 мин, до взятия пробы. Если нагревание бочки невозможно, альтернативой может стать только экстенсивное вращение, как минимум в течение 30 мин, чтобы, как можно лучше диспергировать парафин и парафиновые частицы. Чтобы избежать обременительной процедуры перемешивания содержимого большого контейнера для образца, рекомендуется взять соответствующее количество выборок из выборки в более маленькие контейнеры, по ASTM D 4057 (см. X1.1.3; см. X.1.1.7).

ПРИМЕЧАНИЕ 1 До начала любых процедур нагревания или перемешивания, или того и другого, необходимо убедиться, что бочка и пробки могут выдержать предполагаемое установленное давление, могут безопасно использоваться и не иметь утечек.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Принимают необходимые меры безопасности при открытии контейнера, так как там может скопиться значительное давление насыщенных паров (см. X1.2.3). Открытие контейнера может вызвать вспенивание, которое может привести к потере образца и возможному причинению вреда персоналу.

X1.3.3 Жестяные банки, от 1 л до 15 л

Необходимо хранить контейнеры при температуре на 20 °C выше ожидаемой температуры потери текучести (см. X1.2.1), желательно в водяной бане, поддерживаемой при соответствующей температуре. В качестве варианта, необходимо хранить контейнер во взрывостойкой печи, учитывая то, что локальные поверхностные температуры могут быть выше показателей температуры печи. Время, необходимое для растворения парафина будет зависеть от типа парафина и размера контейнера. Для 1 л банки, достаточно 2 ч. Для более больших банок требуется больше времени. Хотя настоятельно рекомендуется, чтобы контейнеры при нагревании были

закрыты, советуется по истечении 30 мин, перед тем, как продолжить нагревание, медленно выпустить избыточное давление.

ПРИМЕЧАНИЕ Необходимо принять необходимые меры безопасности при открытии контейнера, так как там может скопиться значительное давление насыщенных паров (см. X1.2.3). Открытие контейнера может вызвать вспенивание, которое может привести к потере образца и возможному причинению вреда персоналу.

Перемешивание может осуществляться механическим классификатором или мощным встряхиванием вручную. Хотя использование (высокоскоростных) миксеров или похожих приборов может быть эффективным, оно требует, чтобы контейнер был открыт некоторое время, в течение которого улетучивание легких фракций нефти может быть чрезмерным, и вследствие этого, данная процедура не рекомендуется.

ПРИМЕЧАНИЕ Во время данной процедуры могут выделяться крайне огнеопасные пары. Необходимо выпускать в безопасной зоне.

X1.3.4 Бутылки

Необходимо следовать процедуре, описанной в X1.3.3. Принимают необходимые меры безопасности при нагревании бутылок, закрытых пробкой или резиновой пробкой. Повышение давления вследствие нагревания неизбежно выдавит пробку. Необходимо принять соответствующие меры, чтобы обезопасить персонал от такого происшествия.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 До начала любых процедур нагревания или перемешивания, или того и другого, необходимо убедиться, что бочка и пробки могут выдержать предполагаемое установленное давление, могут безопасно использоваться и не иметь утечек.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Необходимо принять меры безопасности при открытии контейнера, так как там может скопиться значительное давление насыщенных паров (см. X1.2.3). Открытие контейнера может вызвать вспенивание, которое может привести к потере образца и возможному причинению вреда персоналу.

X1.3.5 Пластмассовые контейнеры

Использование пластмассовых контейнеров для образцов сырой нефти не подходит для ряда случаев (см. X1.1.7). Если, тем не менее, такой контейнер предлагается лаборатории, единственным способом использования таких контейнеров будет нагревание до температуры на 20 °C выше предполагаемой температуры потери текучести (см. X1.2.1; см. X1.2.3) на водяной бане, поддерживаемой при соответствующей температуре. Водяная баня предотвратит возникновение высоких температур в

контейнере, которые образуют слабые отсеки, увеличивающие вероятность разрыва. В любом случае, разрыв данных контейнеров из-за повышения давления явно вероятен, и должны быть проведены соответствующие измерения для обеспечения безопасности.

ПРИМЕЧАНИЕ Необходимо принять меры безопасности при открытии контейнера, так как там может скопиться значительное давление насыщенных паров (см. X1.2.3). Открытие контейнера может вызвать вспенивание, которое может привести к потере образца и возможному причинению вреда персоналу.

X1.3.6 Приемные резервуары для образцов

Необходимо следовать предписанной процедуре перемешивания и обработки образца, по ASTM D 4177. Рекомендуется, чтобы 1 л (банка) выборки из выборки, брался параллельно с отбором выборки из выборки для определения плотности, воды и осадка, при условии, чтобы приемный резервуар для образца сохранил температуру не ниже температуры помутнения сырой нефти в течение более 6 ч. Если контейнер содержится при температуре ниже температуры помутнения в течение более 6 ч, повторно нагревают контейнер до температуры на 20 °C выше предполагаемой температуры потери текучести (см. X1.2.1; см. X1.2.3) до начала перемешивания и взятия выборки из выборки.

УДК 665.6.001.4:006.354

МКС 75.040

Ключевые слова: пластическая деформация на холоду; сырая нефть; температура потери текучести.

Для заметок
