

ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

THE USE OF REFERENCE MATERIALS

Статья поступила в редакцию 07.05.2014

УДК 620.11:006:665.61:662.75

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА И СВОЙСТВ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Шаталов К.В.

Начальник научно-испытательного центра квалификационной оценки топлив и масел ФАУ «25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России», канд. техн. наук, доцент
Россия, 121467, г. Москва, ул. Молодогвардейская, 10
Тел./факс: 8 (499) 149-90-90
E-mail: 1499090@mail.ru

Приведены сведения об утвержденных типах государственных стандартных образцов (ГСО) состава и свойств нефтепродуктов, их производителях, теоретическая и фактическая потребность в ГСО. Проведен анализ обеспеченности испытаний основных видов нефтепродуктов стандартными образцами.

Ключевые слова: государственные стандартные образцы, нефтепродукты.

Развитие современного нефтеперерабатывающего и нефтехимического производства неизбежно сопряжено с повышением требований к качеству продукции и эффективности производства. При этом на качество получаемой продукции влияет качество информации о результатах измерения состава и свойств сырья, поступающего на переработку, измерений физических величин, характеризующих технологический процесс переработки, измерений состава и свойств продуктов переработки. Ужесточение отношений «продавец – покупатель», «производитель – потребитель», перевод этих отношений на формально-правовую основу резко повышает требования к качеству измерений состава и свойств нефтепродуктов.

В мировой практике общепризнанным средством обеспечения точности испытаний в аналитических лабораториях являются стандартные образцы состава и свойств вещества. В рекомендациях [1] указано, что стандартные образцы следует использовать для следующих целей:

- оперативного контроля процедуры испытаний;
- экспериментальной проверки правильности использования методики испытаний в лаборатории;
- контроля погрешности выполнения измерений в лаборатории;
- контроля стабильности результатов испытаний в лаборатории с использованием контрольных карт;
- контроля стабильности результатов испытаний в лаборатории в форме выборочного статического контроля;
- периодической проверки подконтрольности процедуры испытаний в лаборатории;
- аттестации испытательного оборудования.



Внедрению стандартных образцов в практику работы отечественных лабораторий способствует их наличие для большинства показателей качества нефтепродуктов и широкое предложение на рынке.

По состоянию на апрель 2014 г. в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства

измерений (далее – Информационный фонд) представлена информация о 7 типах стандартных образцов для комплексной оценки состава и свойств нефтепродуктов, а также 611 типов стандартных образцов для оценки 63 показателей качества топлив, масел, смазок и мазутов (табл. 1) [2].

Таблица 1

Количество типов государственных стандартных образцов состава, свойств нефтепродуктов

| Наименование | Кол-во ГСО |
|----------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 1. ГСО для комплексной оценки состава, свойств нефтепродуктов | 7 |
| Состав автомобильного бензина | 3 |
| Состав и свойства топлива дизельного | 2 |
| Состав и свойства масла моторного | 1 |
| Состав и свойства масла турбинного | 1 |
| 2. ГСО для оценки состава и свойств нескольких видов нефтепродуктов | 341 |
| Массовая доля серы в нефтепродуктах | 103 |
| Массовая доля микропримесей серы в нефтепродуктах | 15 |
| Массовая доля воды в нефтепродуктах | 39 |
| Массовая доля механических примесей | 29 |
| Фракционный состав | 26 |
| Плотность | 38 |
| Плотность и кинематическая вязкость | 1 |
| Вязкость | 66 |
| Содержание ВКЩ (рН водной вытяжки) | 2 |
| Температура текучести и температура застывания | 13 |
| Коксуемость нефтепродуктов | 5 |
| Зольность | 3 |
| Содержание металлов в нефтепродуктах | 1 |
| 4. ГСО состава и свойств автомобильного бензина | 78 |
| Детонационная стойкость бензина (октановое число) | 5 |
| Давление насыщенных паров | 37 |
| Массовая доля ароматических углеводородов | 10 |
| Массовая и объемная доля бензола в автомобильных бензинах | 5 |
| Объемная доля ароматических и олефиновых углеводородов в автомобильных бензинах | 1 |
| Массовая концентрация фактических смол в автомобильных бензинах | 1 |
| Массовая концентрация свинца в бензинах | 5 |
| Массовая концентрация железа в автомобильных бензинах | 4 |
| Массовая концентрация марганца в бензинах | 4 |
| Объемная (массовая) доля оксигенатов в бензинах | 3 |
| Объемная доля N-монометиланилина в автомобильном бензине | 3 |
| 5. ГСО состава и свойств топлива для реактивных двигателей и дизельного топлива | 98 |
| Массовая доля полициклических ароматических углеводородов в дизельных топливах | 3 |
| Массовая доля меркаптановой серы в нефтепродуктах | 15 |



Окончание табл. 1

| Наименование | Кол-во ГСО |
|-----------------------------------------------------------------|------------|
| Температура вспышки в закрытом тигле нефтепродуктов | 33 |
| Кислотность нефтепродуктов | 20 |
| Йодное число нефтепродуктов | 6 |
| Удельная электрическая проводимость авиационных топлив | 1 |
| Высота некоптящего пламени | 1 |
| Температура начала кристаллизации нефтепродуктов | 3 |
| Самовоспламеняемость дизельных топлив (цетановое число) | 3 |
| Коэффициент фильтруемости топлив | 1 |
| Предельная температура фильтруемости нефтепродуктов | 4 |
| Температура помутнения моторных топлив | 3 |
| Смазывающая способность нефтепродуктов | 2 |
| Массовая концентрация фактических смол в нефтепродуктах | 2 |
| Фракционный состав и массовая доля воды в дизельном топливе | 1 |
| 6. ГСО состава и свойств масел | 86 |
| Массовая доля фосфора в нефтепродуктах | 12 |
| Массовая доля кальция и цинка в маслах с присадками | 3 |
| Массовая доля ионола в трансформаторных маслах | 3 |
| Массовая доля фуранового производного в трансформаторных маслах | 2 |
| Содержание водорастворимых кислот в трансформаторном масле | 1 |
| Массовая доля сульфатной золы нефтепродуктов | 1 |
| Щелочное число в нефтепродуктах | 12 |
| Кислотное число нефтепродуктов | 21 |
| Испаряемость моторных масел | 1 |
| Счетная концентрация частиц в масле | 2 |
| Температура вспышки в открытом тигле нефтепродуктов | 25 |
| Пробивное напряжение жидких углеводородов | 1 |
| Тангенс угла диэлектрических потерь | 2 |
| 7. ГСО свойств пластичных смазок | 6 |
| Коллоидная стабильность пластичных смазок | 3 |
| Температура каплепадения | 3 |
| 8. ГСО свойств мазута | 2 |
| Условная вязкость нефтепродуктов | 2 |
| ИТОГО | 618 |

Работы по созданию отечественных стандартных образцов состава и свойств нефтепродуктов были начаты в 80-е гг. прошлого века, а в 1987 г. был зарегистрирован первый государственный стандартный образец (далее – ГСО) свойств нефтепродуктов – ГСО 4088–87 «СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) ТЗТ-1». Пионером производства стандартных образцов свойств нефтепродуктов в России стала

отраслевая научно-исследовательская лаборатория метрологического обеспечения методов испытаний состава и свойств нефти и нефтепродуктов Уфимского нефтяного института, позднее преобразованная в АНО НПО «ИНТЕГРСО» [3]. С 2000 г. к производству стандартных образцов свойств нефтепродуктов приступили и другие организации, что привело к резкому увеличению числа ежегодно утверждаемых типов ГСО (рис. 1).

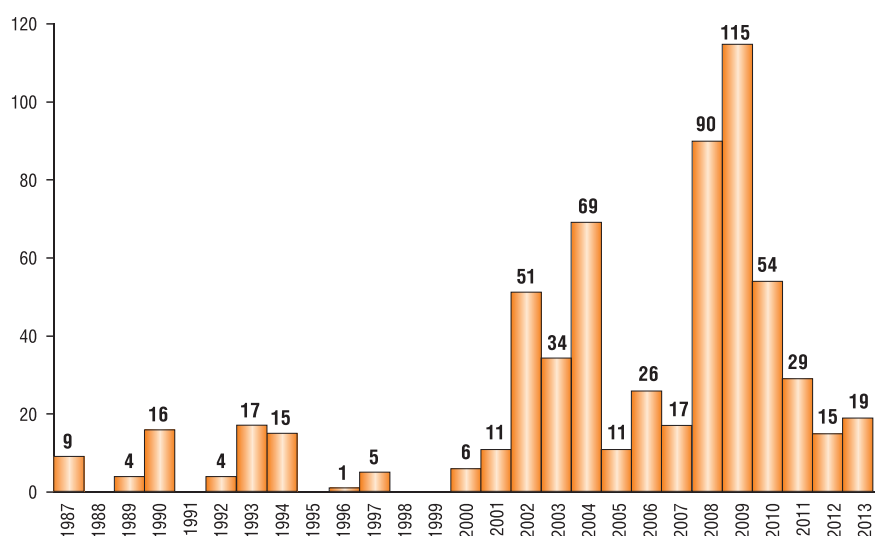


Рис. 1. Количество типов ГСО, утвержденных за год

В настоящее время производство ГСО в Российской Федерации осуществляется силами 13 организаций и одного индивидуального предпринимателя, при этом 80 % ГСО производят четыре организации – АНО НПО «ИНТЕГРСО» (совместно с ООО «ИНТЕГРСО»), ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ООО «Экохим» и ООО «Нефть-Стандарт». Кроме того, в качестве российских

ГСО зарегистрированы стандартные образцы пяти зарубежных производителей (табл. 2) [2].

Основными потребителями ГСО состава и свойств нефтепродуктов являются лаборатории, аккредитованные на право контроля качества нефтепродуктов. По данным, приведенным на портале Федеральной службы по аккредитации, в России зарегистрировано 973 лаборатории, в области аккредитации которых указаны различные виды нефтепродуктов, из них 42 лаборатории (НПЗ, НИИ и др.) имеют в области аккредитации от 40 до 60 показателей качества и 931 лаборатория (нефтебазы, лаборатории промышленных предприятий и т. п.) – от 10 до 20 показателей качества [4].

ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 требует от аккредитованной лаборатории располагать процедурами оценки неопределенности измерений [п. 5.4.6.2, 5], например проводить контроль стабильности погрешности результатов испытаний (расширенной неопределенности) в лабо-

Таблица 2

Производители государственных стандартных образцов состава, свойств нефтепродуктов

| Методика установления аттестованного значения | Количество выпускаемых типов ГСО производителями | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|----------------------------------|--------------|----------------------|-------------------------------------|-----------------|----------------------|---------------------|-------------------------------------|-------------------------|---------------------|---------------------------------------|------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|---------------------------|-------------|------------|
| | АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО» | ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» | ООО «Экохим» | ООО «Нефть-Стандарт» | ООО «Серволаб», ЗАО «Сибтехнология» | ООО «НПЦ МАРСО» | ООО «Петроаналитика» | ФГУ «ТЮМЕНСКИЙ ЦСМ» | Petroleum Analyzer Corporation GmbH | ОАО «Газпромнефть-ОНПЗ» | ЗАО «НПО «Электрум» | ANALYTICAL SERVICES, INC, ООО «Р-АСА» | ИП Калачева Н.И. | ФГУ «ЦСМ Республики Башкортостан» | Chevron Phillips Chemical Company LP | Sigma-Aldrich Corporation | SCP SCIENCE | ИТОГО |
| Межлабораторная аттестация | 179 | 6 | 1 | | 35 | 26 | 3 | 7 | 8 | 4 | | | | 1 | 1 | | | 271 |
| Применение эталонов, ГСО (образцовых средств измерений) | | 9 | 11 | | | | | | 1 | | | | | | | | 1 | 22 |
| Использование аттестованной МВИ | | 33 | 68 | 69 | | | 12 | | | | 1 | | | | | 1 | | 184 |
| Расчетно-экспериментальная процедура приготовления СО | | 75 | 32 | 11 | | 1 | 12 | | 2 | | 2 | 3 | 3 | | | | | 141 |
| Всего | 179 | 123 | 112 | 80 | 35 | 27 | 27 | 7 | 11 | 4 | 3 | 3 | 3 | 1 | 1 | 1 | 1 | 618 |



ратории с использованием контрольных карт Шухарта или контрольных карт кумулятивных сумм. С учетом положений РМГ-76 (п. 6.1.3, В.3.2.1) потребность в ГСО для оценки неопределенности измерений только по одному показателю качества составляет до 105 единиц в год [3]. Исходя из этого общую потребность в стандартных образцах состава и свойств нефтепродуктов можно оценивать до 1140 тыс. единиц в год.

Опыт общения с представителями лабораторий, контролирующими качество нефтепродуктов, показывает, что ГСО используется, как правило, ограниченно – для оперативного контроля процедуры испытаний и аттестации испытательного оборудования. Поэтому фактическую потребность отечественных лабораторий в ГСО можно оценить в 43,0–45,0 тыс. единиц в год. Широкое внедрение ГСО состава и свойств нефтепродуктов в практику работы лабораторий сдерживает их высокая стоимость (примерно 3,0–3,5 тыс. руб. за единицу) и неготовность большинства руководителей организаций тратить существенные средства на их приобретение: годовые затраты крупной лаборатории (НПЗ или НИИ) на приобретение ГСО в объеме требований рекомендаций [3] могут составлять более 14,5 млн руб. Расширение потребления ГСО аккредитованными лабораториями возможно в случае повышения внимания национального органа по аккредитации к процедурам внутреннего контроля качества результатов анализов нефтепродуктов.

Сопоставление перечней показателей качества, приведенных в нормативно-технических документах на разные виды нефтепродуктов, с данными Информационного фонда показывает, что по основным видам

моторных топлив испытания обеспечены стандартными образцами в среднем на 88 % (рис. 2).

Хуже обеспечены стандартными образцами испытания дизельного топлива и авиакеросина (86 и 82 % соответственно). Отсутствуют стандартные образцы для девяти методов испытаний моторных топлив:

- определения окислительной стабильности автомобильного бензина по индукционному периоду ГОСТ 4039, ГОСТ Р 52068, EN ISO 7536–95, ASTM D 525–2001;
- определения окислительной стабильности дизельных топлив по EN ISO 12205–1996, ASTM D 2274–2003;
- определения содержания метиловых эфиров жирных кислот в дизельном топливе по EN 14078–2003;
- определения цвета по ГОСТ 20284, ГОСТ Р 51933, ASTM D 156, ASTM D 1500;
- определения высшей теплоты сгорания и вычисления низшей теплоты сгорания по ГОСТ 21261, ASTM D 5468, ASTM D 5865, ASTM D 4809, ISO 1928;
- определения мыл нафтеновых кислот в топливах для реактивных двигателей по ГОСТ 21103;
- определения люминометрического числа топлив для реактивных двигателей по ГОСТ 17750;
- определения термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей (метод JFTOT) по ГОСТ Р 52954, ASTM D 3241
- определения термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей в статических условиях по ГОСТ 11802.

Необходимо отметить, что анализ мазута, автомобильного бензина, дизельного и судового топлива практически полностью обеспечен стандартными образцами, а методы испытания, для которых они отсутствуют, не играют принципиальной роли в оценке качества указанных видов топлив. В то же время испытания авиационного керосина не обеспечены стандартными образцами по важнейшим показателям качества, определяющим марку топлива и область его применения (дозвуковая или сверхзвуковая авиация) – по методам оценки термоокислительной стабильности в статических и динамических условиях. Поэтому хотелось бы пожелать отечественным производителям ГСО сосредоточить усилия на разработке

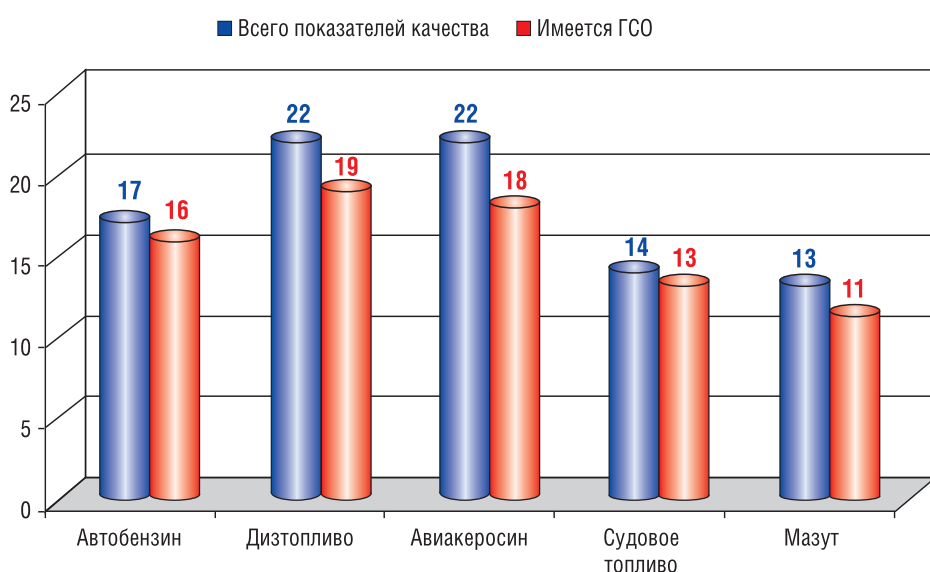


Рис. 2. Обеспеченность испытаний основных видов моторных топлив стандартными образцами



Таблица 3
Анализ обеспеченности ГСО испытаний смазочных масел

| Вид нефтепродуктов | Количество показателей качества, указанных в нормативной документации, ед. | Количество утвержденных типов ГСО, ед. | Процент обеспеченности, % |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|---------------------------|
| Масла моторные для автомобильной техники (на минеральной основе) | 21 | 12 | 57,1 |
| Масла моторные для автомобильной техники (на синтетической и полусинтетической основе) | 17 | 13 | 76,5 |
| Масла моторные для судовых и тепловозных дизельных двигателей | 19 | 13 | 68,4 |
| Масла авиационные | 18 | 10 | 55,5 |
| Масла трансмиссионные | 21 | 14 | 66,7 |
| Масла компрессорные | 18 | 12 | 66,7 |
| Масла турбинные | 19 | 14 | 73,7 |
| Масла гидравлические | 12 | 10 | 83,3 |
| Масла промышленные | 16 | 10 | 62,5 |
| Масла электроизоляционные | 18 | 14 | 77,8 |

стандартных образцов для этих методов испытаний (ГОСТ Р 52954 и ГОСТ 11802).

Обеспеченность стандартными образцами испытаний смазочных масел составляет от 55 до 83 %. Минимально обеспечены стандартными образцами испытания авиационных масел и минеральных моторных масел (табл. 3).

Отсутствуют стандартные образцы для 22 методов испытаний смазочных масел (табл. 4). Практически все

перечисленные методы испытаний имеют важное эксплуатационное значение, и разработка соответствующих ГСО является крайне актуальной задачей. Особенно хотелось бы выделить потребность в стандартных образцах для методов оценки динамической вязкости по ГОСТ Р 52257, ASTM D 5293 и метода определения трибологических характеристик на четырехшариковой машине по ГОСТ 9490.

Таблица 4
Перечень методов испытаний смазочных масел, для которых отсутствуют ГСО

| Наименование метода испытания | Область применения метода испытания | | | | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|---------------------------------------------|------------------------------------------------|-------------------|-----------------|-----------------------|---------------------|----------------------|--------------------|---------------------------|
| | Масла моторные для автомобильной техники | | | Масла авиационные | Масла турбинные | Масла трансмиссионные | Масла компрессорные | Масла гидравлические | Масла промышленные | Масла электроизоляционные |
| | на минеральной основе | на синтетической и полусинтетической основе | для судовых и тепловозных дизельных двигателей | | | | | | | |
| Метод определения моющих свойств по ГОСТ 5726 | + | | + | | | + | | | | |
| Метод определения кинематической вязкости при отрицательных температурах по ГОСТ 33, ASTM D 445, ASTM D 446, ASTM D 2170, ISO 3104, ISO 3105 | + | | + | | | | | | | + |



Окончание табл. 4

| Наименование метода испытания | Область применения метода испытания | | | | | | | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------------------|------------------------------------------------|-------------------|-----------------|-----------------------|---------------------|----------------------|----------------------|---------------------------|
| | Масла моторные | | для судовых и тепловозных дизельных двигателей | Масла авиационные | Масла турбинные | Масла трансмиссионные | Масла компрессорные | Масла гидравлические | Масла индустриальные | Масла электроизоляционные |
| | для авто-мобильной техники | | | | | | | | | |
| | на минеральной основе | на синтетической и полусинтетической основе | | | | | | | | |
| Метод определения динамической вязкости на ротационном вискозиметре по ГОСТ 1929 | + | | | | | + | | | | |
| Метод определения динамической вязкости с использованием минироторного вискозиметра MRV по ASTM D 4684, ASTM D 6896, ГОСТ Р 52257 | | + | | | | | | | | |
| Метод определения динамической вязкости с использованием имитатора холодной прокрутки CCS по ASTM D 5293 | | + | | | | | | | | |
| Метод определения цвета по ГОСТ 20284, ГОСТ Р 51933, ASTM D 156, ASTM D 1500 | + | | + | + | + | + | | + | + | |
| Метод определения коррозионности на пластинках из свинца по ГОСТ 20502 | + | | + | + | | | + | | | |
| Метод определения антикоррозионных свойств на стальных стержнях по ГОСТ 19199 | | | | | + | | + | | | |
| Метод определения испаряемости в чашечках по ГОСТ 20354 | | | | + | | | | | | |
| Метод определения стабильности по индукционному периоду осадкообразования по ГОСТ 11063 | + | | + | | | + | | | | |
| Метод оценки моторных свойств и определения термоокислительной стабильности по ГОСТ 23175 | + | | | + | | + | + | | + | |
| Метод определения стабильности против окисления по ГОСТ 981 | | | | + | + | | + | | + | |
| Метод определения термоокислительной стабильности и коррозионной активности по ГОСТ 20944 | | | | + | | | | + | | |
| Метод определения термоокислительной стабильности в объеме масла по ГОСТ 23797 | | | | + | | | | | | |
| Метод определения стабильности против окисления по ГОСТ 18136 | | | | | + | | | | + | |
| Метод определения трибологических характеристик на четырехшариковой машине по ГОСТ 9490 | + | | | + | | + | | + | + | |
| Метод определения содержания бария по ГОСТ 13538 | + | | + | | | | | | | |
| Метод определения концентраций бария и магния по ГОСТ Р 52666 | | + | | | | | | | | |
| Метод определения содержания хлора в маслах с присадками по ГОСТ 20242 | | | | | | + | | | | |
| Метод определения склонности к пенообразованию по ASTM D 892 | | + | | | | | | | + | |
| Метод определения времени деэмульсации по ГОСТ 12068 | | | | | + | | | | | |
| Метод определения содержания селективных растворителей по ГОСТ 1057 | | | | | | | + | + | + | |



К сожалению, практически отсутствуют стандартные образцы для испытаний пластичных смазок. Из 15 показателей, которые характеризуют качество пластичных смазок, стандартные образцы имеются только для двух показателей качества.

Выводы

1. Общая потребность в стандартных образцах состава и свойств нефтепродуктов может составлять до 1140 тыс. единиц в год при фактическом потреблении 43,0–45,0 тыс. единиц в год. Расширение потребления ГСО аккредитованными лабораториями возможно в случае повышения внимания национального органа по аккредитации к процедурам внутреннего контроля качества результатов анализов нефтепродуктов, строгого

контроля за выполнением процедур оценки неопределенности измерений.

2. В результате сопоставления перечня показателей качества, приведенных в нормативно-технических документах на нефть и основные виды нефтепродуктов, с данными об утвержденных типах ГСО установлено, что по основным видам нефтепродуктов обеспеченность составляет от 55 до 86 %. Наиболее актуальным представляется разработка ГСО для методов оценки термоокислительной стабильности в статических (по ГОСТ 11802) и динамических условиях (по ГОСТ Р 52954), динамической вязкости по ГОСТ Р 52257, ASTM D 5293, трибологических характеристик по ГОСТ 9490, температуры размягчения по ГОСТ 11506 и изменения температуры размягчения после прогрева по ГОСТ 18180.

ЛИТЕРАТУРА

1. РМГ 76–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. М.: Стандартиформ, 2006. 87 с.
2. Сведения об утвержденных типах стандартных образцов [Электронный ресурс] // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: сайт. URL: www.fundmetrology.ru/09_st_obr/list.aspx/html (дата обращения: 05.05.14).
3. Мухамедзянов Р.А., Мухамедзянов А.Х. Стандартные образцы для контроля качества нефти и нефтепродуктов // Методы оценки соответствия. 2011. № 10. С. 27–32.
4. Реестр органов по сертификации и аккредитованных испытательных лабораторий (центров) [Электронный ресурс] // Федеральная служба по аккредитации: сайт. URL: fsa.gov.ru/opendata/7736638268-rao/html (дата обращения: 05.05.14).
5. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартиформ, 2012. 32 с.

CERTIFIED REFERENCE MATERIAL FOR PETROLEUM PRODUCTS COMPOSITION AND PROPERTIES

K.V. Shatalov

The article focuses on the approved types of CRM for petroleum products composition and properties, their producers, theoretical and actual need for CRM. The tests supply analysis of petroleum products main types by CRM was carried out.

Key words: CRM (certified reference material), petroleum products.

