
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
3734—
2009

Нефтепродукты

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ
И ОСАДКА В ОСТАТОЧНЫХ ЖИДКИХ
ТОПЛИВАХ МЕТОДОМ ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЯ**

ISO 3734: 1997
Petroleum products — Determination of water and sediment in residual
fuel oils — Centrifuge method
(IDT)

Издание официальное

БЗ 12—2008/550



Москва
Стандартинформ
2009

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 февраля 2009 г. № 3-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 3734:1997 «Нефтепродукты. Определение воды и осадка в остаточных жидких топливах. Метод центрифугирования» (ISO 3734:1997 «Petroleum products — Determination of water and sediment in residual fuel oils — Centrifuge method»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении С

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Проверяют гомогенность образца по А.3.

Примечание — Применение высокоэффективной мешалки часто приводит к образованию устойчивых эмульсий, и содержание воды после перемешивания не может быть определено методами центрифугирования.

А.2.3 Циркуляция с внешней мешалкой

Содержимое постоянно закрепленных или переносных контейнеров циркулируют с помощью небольшого насоса через стационарно установленную мешалку, смонтированную снаружи трубопровода малого диаметра. Для переносных контейнеров используют быстроразъемное соединение. Следуют инструкциям изготовителя при работе с насосом конкретной конструкции и выбранной производительности.

Используют циркулирующий поток, достаточный для перемешивания содержимого, не менее одного раза в течение минуты.

Примечание — Обычное время перемешивания составляет 15 мин, но оно может меняться в зависимости от содержания воды, типа углеводорода и конструкции системы.

Когда вся проба тщательно перемешана, из крана в циркуляционной линии, пока работает насос, отбирают необходимое количество пробы для составления представительной пробы. Затем освобождают контейнер и тщательно промывают всю систему, прокачивая растворитель до тех пор, пока все следы углеводорода не будут удалены.

А.3 Проверка (верификация) времени перемешивания

А.3.1 Если проба остается гомогенной и стабильной после перемешивания (т. е. при полном смешивании компонентов, таких как присадки к смазочным маслам), продолжают процедуру перемешивания до тех пор, пока последовательные пробы, взятые из основной массы пробы, не дадут идентичные результаты. Таким образом определяют минимальное время перемешивания.

Примечание — Поскольку проба к этому времени является и будет оставаться гомогенной, перенести ее можно без дальнейшего перемешивания.

А.3.2 Если проба не остается гомогенной в течение более длительного периода времени, чем период перемешивания (т. е. если вода и осадок являются частями смеси), используют специальный метод для проверки времени перемешивания по А.3.3.

Примечание — Может возникнуть необходимость отбора субпробы во время перемешивания, в зависимости от свойств углеводорода.

А.3.3 Убеждаются, что отобранная проба заполняет контейнер приблизительно на три четверти, и гомогенизируют пробу в течение известного периода времени, который должен быть зафиксирован. В течение этого периода отбирают малые порции пробы через равные интервалы времени и для каждой из них сразу определяют содержание воды в соответствии с ИСО 6296 (в процессе подготовки) или ИСО 12937. Когда результаты испытания будут согласовываться [в пределах повторяемости (сходимости) метода], следует зафиксировать полученное значение как содержание воды в холостом опыте.

Добавляют точно взвешенное количество воды (от 1 % до 2 %), гомогенизируют в течение того же периода времени, что и для холостого опыта, и отбирают пробы указанным ранее способом. При хорошем согласовании результатов между определенным содержанием воды с учетом содержания воды в холостом опыте и количеством добавленной воды следует повторить добавление точно взвешенного количества воды от 1 % до 2 %. Если результаты продолжают давать хорошее согласование, то следует считать время перемешивания правильным.

Если результаты не показывают хорошего согласования [в пределах повторяемости (сходимости) метода], то их следует забраковать. Возвращаются к началу процедуры, и перемешивание проводят в течение более длительного времени.

А.3.4 При данной проверке системы перемешивания не следует определять содержание воды методом центрифугирования или методом дистилляции (ИСО 3733), так как эти методы не позволяют определить общее содержание воды.

А.4 Перенос проб

А.4.1 Если контейнер для пробы является переносным или если неудобно взять пробы непосредственно из контейнера и перенести их в лабораторный испытательный аппарат, переносят представительную пробу в переносной контейнер для транспортирования в лабораторию.

А.4.2 На каждой стадии переноса пробы необходимо гомогенизировать содержимое контейнера, из которого отбирают пробу, используя один из методов, указанных в А.2.

А.4.3 Проверяют время перемешивания для каждой комбинации контейнер — мешалка одним из методов, указанных в А.3.

А.4.4 Любой перенос пробы завершают в течение времени, пока смесь является гомогенной и стабильной. Этот период является коротким. Поэтому, чтобы завершить любой перенос, не следует тратить более 20 мин.

Приложение В
(обязательное)

Процедура насыщения толуола водой

В.1 Общие положения

На рисунке В.1 показано, что вода в значительной степени растворяется в толуоле. Процентное содержание растворенной воды увеличивается при увеличении температуры от приблизительно 0,03 % об. при 21 °С до приблизительно 0,17 % об. при 70 °С. Тoluол обычно поставляют достаточно обезвоженным. Если использовать толуол непосредственно после поставки, он растворит часть или даже всю воду, присутствующую в пробе. Это приведет к уменьшению содержания осадка и воды в пробе. Для точного определения воды и осадка в пробе методом центрифугирования толуол предварительно насыщают водой при температуре испытания.

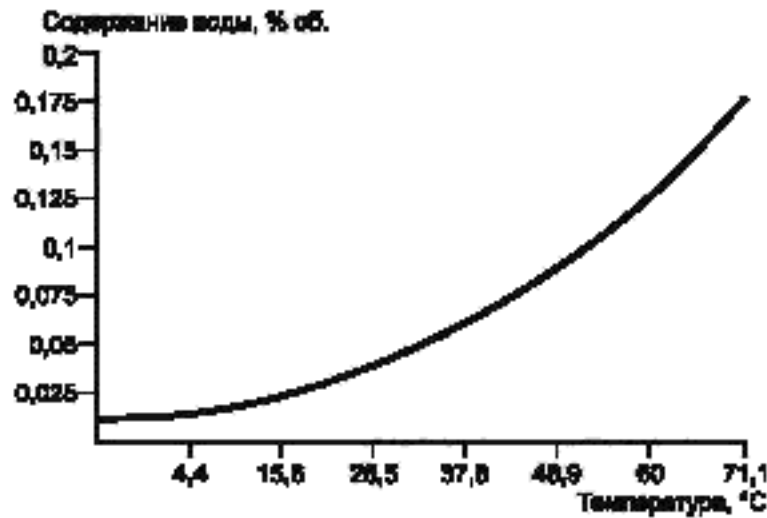


Рисунок В.1 — Растворимость толуола в воде

В.2 Материалы

В.2.1 Тoluол (4.1).

В.2.2 Вода дистиллированная или из-под крана.

В.3 Аппаратура

В.3.1 Жидкостная нагревательная баня достаточной глубины для полного погружения бутылки вместимостью 1 дм³, обеспечивающая поддержание температуры (50 ± 3) °С. Баня должна быть снабжена средством измерения температуры. Она должна также обеспечивать возможность поддерживать температуру (60 ± 3) °С или должна быть другая баня тех же самых размеров, обеспечивающая такую возможность.

В.3.2 Стеклоанная бутылка вместимостью 1 дм³ с завинчивающейся крышкой.

В.4 Процедура

В.4.1 Устанавливают температуру в нагревательной бане 50 °С или 60 °С в соответствии с условиями, приведенными в 7.1 или 7.2. Поддерживают температуру бани в пределах ± 3 °С.

В.4.2 Заполняют стеклянную бутылку толуолом (от 700 до 800 см³). Добавляют 25 см³ воды. Завинчивают крышку бутылки и энергично встряхивают в течение 30 с.

В.4.3 Ослабляют крышку и помещают бутылку в баню на 30 мин. Достают бутылку, плотно закрывают крышку и встряхивают осторожно 30 с.

В.4.4 Повторяют процедуру по В.4.3 три раза.

В.4.5 Перед использованием дают бутылки со смесью вода — толуол постоять в бане 48 ч. Это гарантирует достижение полного равновесия между толуолом и нерастворенной водой, а также завершение насыщения при заданной температуре. Если необходимо использовать толуол, насыщенный водой, до завершения равновесия (48 ч), следует налить растворитель в пробирки для центрифугирования и центрифугировать на том же самом оборудовании при той же самой относительной центробежной силе и той же самой температуре, что и в разделе 7. Аккуратно отбирают пипеткой толуол из пробирки для центрифугирования так, чтобы не затронуть слой воды, которая может быть на дне пробирки.

В.4.6 Насыщение зависит от времени и температуры. Рекомендуется постоянно держать бутылки со смесью вода — толуол в бане при температуре испытания, чтобы насыщенный растворитель был постоянно доступен независимо от проводимых испытаний.

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации
ссылочным международным стандартам

Таблица С.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 3170:1988	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб ГОСТ Р 52659—2006 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб
ИСО 3171:1988	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ИСО 3733	*
ИСО 3735	*
ИСО 4787:1984	*
ИСО 5272: 1979	*
ИСО 6296	*
ИСО 12937	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

УДК 662.753.1:006.354

ОКС 75.160.20

Б29

ОКСТУ 0209

Ключевые слова: нефтепродукты, жидкие топлива, остаточное жидкое топливо, испытания, определение содержания, вода, осадки, анализ с использованием центрифугирования

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 10.04.2009. Подписано в печать 03.06.2009. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 203 экз. Зак. 347.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода	2
4 Реактивы и материалы	2
5 Аппаратура	2
6 Отбор проб	4
7 Проведение испытания	4
8 Обработка результатов	6
9 Прецизионность	6
10 Протокол испытания	6
Приложение А (обязательное) Работа с пробами	7
Приложение В (обязательное) Процедура насыщения толуола водой	9
Приложение С (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам	10

Нефтепродукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ И ОСАДКА В ОСТАТОЧНЫХ ЖИДКИХ ТОПЛИВАХ
МЕТОДОМ ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЯ

Petroleum products.

Determination of water and sediment content in residual fuel oils by centrifuge method

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод лабораторного определения суммарного содержания воды и осадка в остаточных жидких топливах методом центрифугирования. В небольшом количестве нефтепродуктов настоящим методом трудно обнаружить содержание воды или осадка. В таких случаях следует использовать методы по ИСО 3733 и ИСО 3735.

Примечание — Установлено, что применение метода центрифугирования для определения воды и осадка часто приводит к неправильным результатам, особенно когда для получения представительной пробы используют высокоскоростную мешалку. Настоящий метод не всегда дает удовлетворительные результаты, и количество определенной воды, как правило, ниже ее фактического содержания.

Значительное количество воды и осадка может вызвать определенные проблемы в погрузочно-разгрузочном оборудовании, механизмах и горелках, особенно когда в воде присутствуют минеральные соли. Проектирование средств обработки остаточного жидкого топлива, таких как фильтры или центрифуги, основано на максимальном количестве материала, который будет удален перед сгоранием. В остаточных жидких топливах, предназначенных для дальнейшей переработки, также должно быть низкое содержание воды и осадка для минимизации проблем коррозии.

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасного оборудования, материалов и операций. Настоящий стандарт не ставит своей целью решить все вопросы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья персонала и определяет пригодность упомянутых ограничений перед его применением.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты¹⁾:

ИСО 3170:1988 Нефтяные жидкости. Ручной отбор проб

ИСО 3171:1988 Нефтяные жидкости. Автоматический отбор проб из трубопровода

ИСО 3733 Нефтепродукты и битуминозные материалы. Определение воды. Метод дистилляции

ИСО 3735 Нефть сырая и жидкие нефтяные топлива. Определение осадка. Метод экстракции

ИСО 4787:1984 Лабораторная стеклянная посуда. Мерная стеклянная посуда. Методы для использования и испытания вместимости

¹⁾ Для датированных ссылок используют указанное издание. Если ссылка не датирована, то используют самое последнее издание стандарта, включая поправки.

ИСО 5272:1979 Тoluол для промышленного использования. Спецификации
 ИСО 6296 Нефтепродукты. Определение воды. Метод потенциометрического титрования Карла Фишера
 ИСО 12937 Нефтепродукты. Определение воды. Кулонометрический метод Карла Фишера

3 Сущность метода

Равные объемы жидкого нефтяного топлива и насыщенного водой толуола помещают в конусообразную пробирку для центрифугирования. После центрифугирования записывают объем высоковязкой воды и уровень осадка в нижней части пробирки.

4 Реактивы и материалы

4.1 Тoluол марки 1 по ИСО 5272.

Растворитель должен быть насыщен водой при температуре испытания (50 ± 1) °С или (60 ± 1) °С, но должен быть свободен от взвешенной воды (приложение В для процедуры насыщения водой растворителя).

4.2 Дезмульгатор, предназначенный для ускорения отделения воды от испытываемой порции образца и предотвращения прилипания осадка к стенкам пробирки для центрифуги. Тип дезмульгатора, его концентрация и используемое количество должны быть согласованы между сторонами. Рекомендуемый исходный раствор: 25 % об. дезмульгатора и 75 % об. толуола. Для некоторых видов остаточного жидкого нефтяного топлива может потребоваться другое соотношение дезмульгатора и толуола.

Использование дезмульгатора в рекомендованных концентрациях и количестве не будут добавлять объема к определяемым воде и осадку. Хранят раствор дезмульгатора в плотно закупоренной коричневой стеклянной бутылки.

Примечание — В настоящем стандарте единицу измерения «процент по объему» (% об.) используют для выражения объемных долей.

5 Аппаратура

5.1 Центрифуга

Центрифуга, предназначенная для вращения двух или более наполненных конусообразных пробирок высотой 200 мм (5.2), с контролируемой скоростью вращения, обеспечивающая относительную центробежную силу g_{cf} в диапазоне от 500 до 850 в концах пробирок.

Вращающаяся головка, кольца цапфы и чашки цапфы, включая прокладки, должны иметь прочную конструкцию, способную выдержать максимальную центробежную силу, создаваемую приводом. Чашки цапфы и прокладки должны плотно удерживать пробирки во время работы центрифуги.

Центрифуга должна быть защищена достаточно прочным металлическим экраном или корпусом для обеспечения безопасности при любой поломке. Температура центрифуги должна регулироваться с помощью термостатирования для поддержания температуры образца в течение всей работы (50 ± 3) °С.

Скорость вращающейся головки n/min , об/мин, рассчитывают по следующей формуле

$$n/\text{min} = 1335 \sqrt{g_{cf}/d}, \quad (1)$$

где g_{cf} — относительная центробежная сила;

d — диаметр размаха, измеренный между концами противоположных пробирок при вращении, мм.

5.2 Пробирки для центрифуги

Пробирка, применяемая в центрифуге, должна иметь коническую форму, номинальную высоту 200 мм, но не более 203 мм, соответствовать размерам, приведенным на рисунке 1, и должна быть изготовлена из прокаленного стекла с прямыми сторонами конуса. Градуировка и цифры, показанные на рисунке 1, должны быть ясными и отчетливыми, и горловина должна быть сужена для пробки. Допуски на ошибки шкалы и наименьшие деления между разными калибровочными отметками приведены в таблице 1. Калибровка выполнена при температуре 20 °С с использованием воды, не содержащей воздух, снятие показаний проводилось по нижнему затемненному мениску. Перед использованием пробирки точность градуировок должна быть поверена по объему на пробирке в соответствии с ИСО 4787.

Поверка (верификация) должна включать калибровку для отметок 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 50,0 и 100,0 см³. Пробирка не должна использоваться, если ошибка для любой метки превышает допуск из таблицы 1.

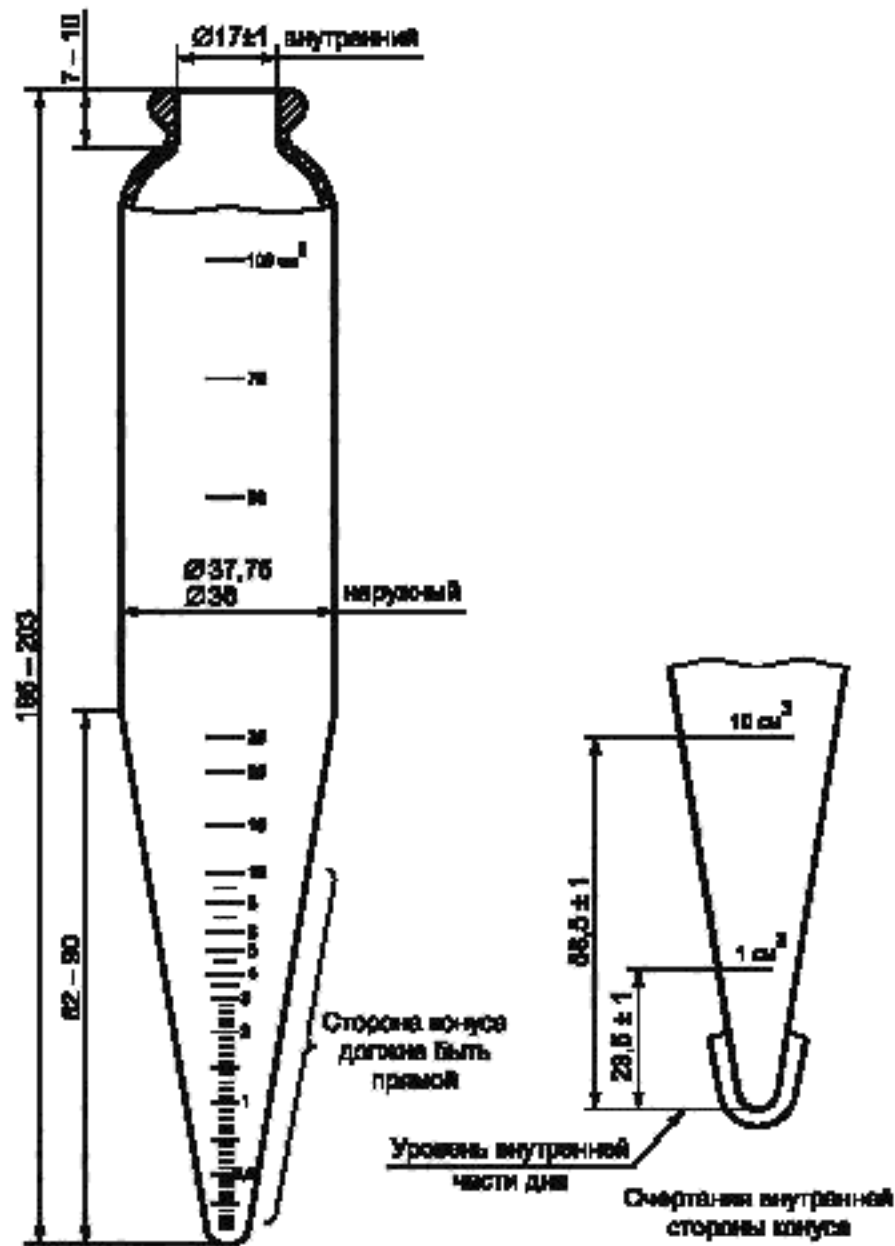


Рисунок 1 — Пробирка для центрифуги высотой 200 мм

Т а б л и ц а 1 — Допуски для калибровки пробирки высотой 200 мм

В кубических сантиметрах

Диапазон	Деление	Допуск по объему
От 0 до 0,1 включ.	0,05	± 0,02
Св. 0,1 до 0,3 включ.	0,05	± 0,03
Св. 0,3 до 0,5 включ.	0,05	± 0,05
Св. 0,5 до 1,0 включ.	0,10	± 0,05
Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,10	± 0,10
Св. 2,0 до 3,0 включ.	0,20	± 0,10
Св. 3,0 до 5,0 включ.	0,50	± 0,20
Св. 5,0 до 10,0 включ.	1,00	± 0,50
Св. 10,0 до 25,0 включ.	5,00	± 1,00
Св. 25,0 до 100,0 включ.	25,00	± 1,00

5.3 Нагревательная баня

Нагревательная баня должна представлять собой твердый цельнометаллический блок или жидкостную баню достаточной глубины для погружения пробирки для центрифугирования в вертикальном положении на отметку 100 см³. Нагревательная баня должна быть обеспечена устройством для поддержания температуры (50 ± 1) или (60 ± 1) °С.

5.4 Термометр, обеспечивающий измерение температуры образца с точностью 1 °С.

6 Отбор проб (см. приложение А)

6.1 Общие положения

Отбор проб — это совокупность мер, необходимых для получения представительной пробы содержимого любого трубопровода, резервуара или другой системы и переноса пробы в лабораторный испытательный контейнер.

6.2 Лабораторная проба

В настоящем стандарте должны быть использованы только представительные пробы, полученные в соответствии с ИСО 3170 и ИСО 3171. Перед взятием образца от пробы на анализ гомогенизируют полученную лабораторией пробу по процедуре приложения А.

7 Проведение испытания

7.1 Заполняют каждую из двух пробирок для центрифуги (5.2) толуолом, насыщенным водой при 50 °С, до отметки 50 см³, затем немедленно из контейнера с пробой переливают образец непосредственно в пробирки для центрифуги, пока общий объем в каждой пробирке не станет равным 100 см³. Снимают показания по мениску как для отметки 100 см³, так и для отметки 50 см³. Добавляют 0,2 см³ раствора демульгатора (4.2) в каждую пробирку, используя пипетку вместимостью 0,2 см³ или автоматическую пипетку. Пробирки плотно закрывают пробками и энергично встряхивают до полного перемешивания содержимого. Погружают пробирки до отметки 100 см³ на 10 мин в баню температурой (50 ± 1) °С.

7.2 Если в объеме воды и наблюдаемом осадке (7.5) присутствует парафин, то предварительно перед каждым вращением нагревают смесь растворителя и нефтепродукта до 60 °С. Окончательная температура смеси не должна опускаться ниже 47 °С.

7.3 Переворачивают пробирки, чтобы убедиться, что нефть и растворитель однородно смешаны, и осторожно встряхивают.

7.4 Пробирки устанавливают в чашки цапфы на противоположных сторонах центрифуги (5.1) для баланса и вращают в течение 10 мин с относительной центробежной силой от 500 до 850 в концах вращающихся пробирок, рассчитываемой по формуле (1) (зависимость диаметра размаха, относительной центробежной силы и оборотов в минуту — см. таблицу 2).

Т а б л и ц а 2 — Применяемые скорости вращения для центрифуг различных диаметров размаха

Диаметр размаха ¹⁾ , мм	Обороты в минуту при 500 rcf	Обороты в минуту при 800 rcf
432	1440	1820
457	1400	1770
483	1360	1720
508	1330	1680
533	1300	1640
559	1270	1600
584	1240	1560
610	1210	1530

¹⁾ Измеренный между концами противоположных пробирок в положении вращения.

7.5 Сразу после остановки центрифуги определяют и фиксируют общий объем воды и осадка (7.2) на дне каждой пробирки с точностью $0,05 \text{ см}^3$ для делений от $0,1 \text{ см}^3$ до 1 см^3 . Для делений ниже $0,1 \text{ см}^3$ считывают показания с точностью $0,025 \text{ см}^3$ (рисунок 2). Пробирки без перемешивания возвращают в центрифугу и вращают в течение еще 10 мин с той же скоростью.

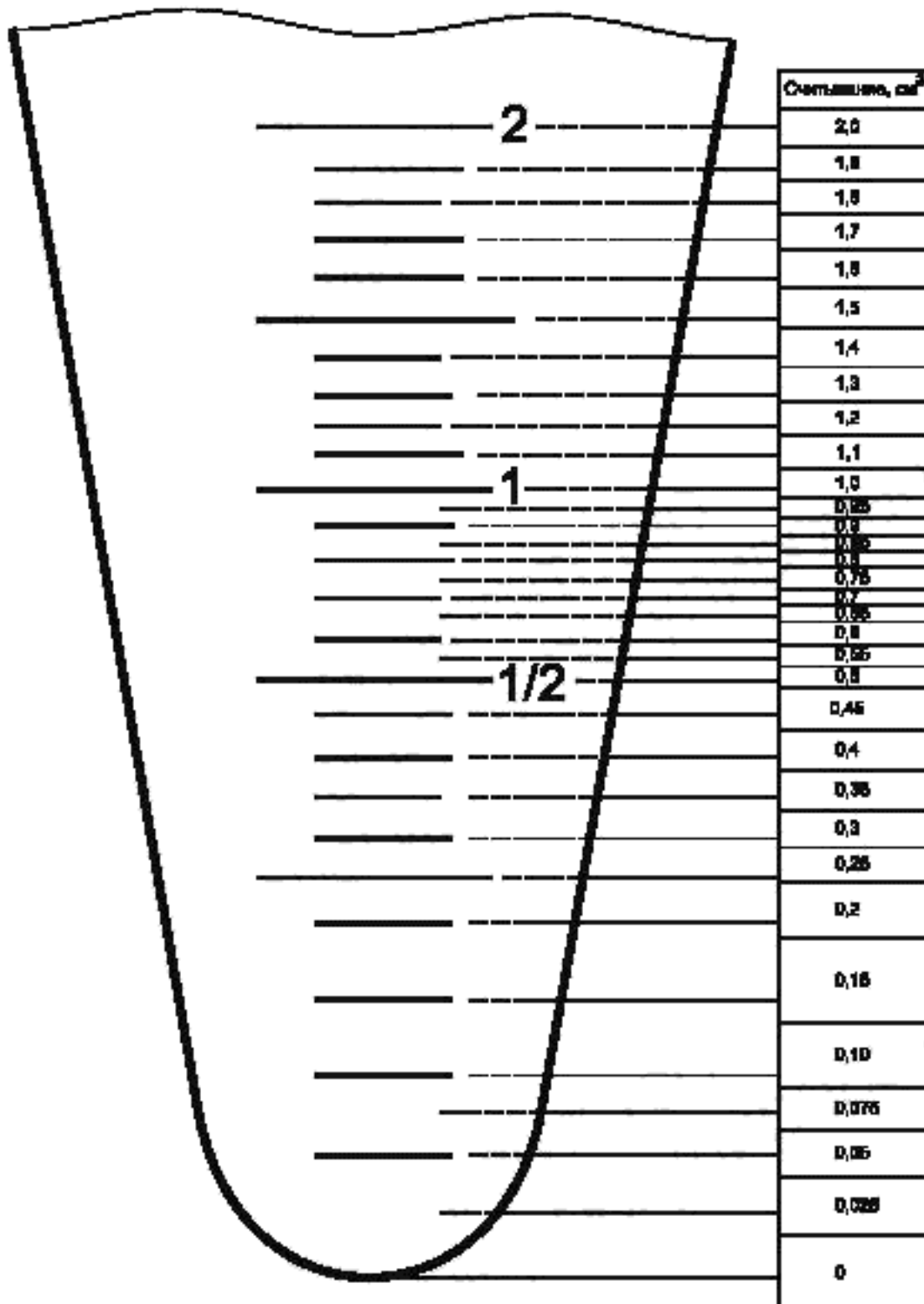


Рисунок 2 — Процедура считывания показаний по воде и осадку у нижних уровней

7.6 Повторяют данную операцию до тех пор, пока общий объем воды и осадка остается постоянным для двух последовательных определений. Как правило, требуется не более двух вращений.

8 Обработка результатов

Записывают окончательный объем воды и осадка в каждой пробирке и представляют отчет о сумме этих двух определений, округленных согласно 7.5 как процент по объему осадка и воды. Записывают результаты ниже 0,05 % как 0 или 0,05 в зависимости от того, к какому значению они ближе.

9 Прецизионность

Критерий, указанный в 9.1 и 9.2, должен быть использован для определения приемлемости результатов (95 %-ная доверительная вероятность).

9.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянно действующих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытания, может превышать значения, представленные на рисунке 3, только в одном случае из двадцати.

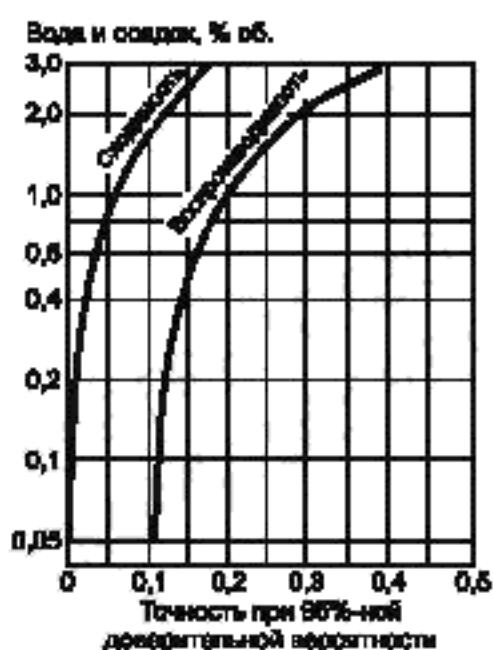


Рисунок 3 — Данные по прецизионности

9.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытания, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на номинально идентичном испытательном материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытания, может превышать значения на рисунке 3 только в одном случае из двадцати.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- тип и полную идентификацию испытуемого продукта;
- результаты испытания (раздел 8);
- наименование и количество используемого дезэмульгатора;
- температуру нагревательной бани;
- любое отклонение от установленных стандартных процедур;
- дату испытания.

Приложение А
(обязательное)

Работа с пробами

Примечание — Настоящее приложение полностью соответствует инструкциям по работе с пробами в соответствии с ИСО 3170 и ИСО 3171.

А.1 Общие положения

А.1.1 Методы работы с пробами с момента их отбора до момента поступления на лабораторное испытание или хранение разработаны с целью гарантии сохранности природы и целостности пробы.

А.1.2 Метод работы с пробой зависит от цели, для которой проба была взята. Часто для применяемой лабораторной процедуры требуется связанная с ней специальная процедура работы с пробой. Для этого следует обратиться к соответствующим методам испытания, чтобы информировать оператора, отбирающего пробу, об инструкции по работе с пробами. Если применяемые лабораторные процедуры имеют противоречивые требования, то отбирают несколько отдельных проб и применяют соответствующую аналитическую процедуру для каждой пробы.

А.1.3 Соблюдают особую осторожность при работе с:

- а) жидкостями, содержащими летучие компоненты, так как могут произойти потери при испарении;
- б) жидкостями, содержащими воду и/или осадок, так как их разделение может произойти в контейнере для пробы;
- в) жидкостями с возможным осаждением парафина, так как может произойти его осаждение, если не выдержана соответствующая температура.

А.1.4 Составляя композитные пробы, соблюдают большую осторожность, чтобы не потерять легкие фракции из летучих жидкостей и не изменить содержание воды и осадка. Это очень трудная операция и ее следует, по возможности, избегать.

А.1.5 При отборе проб летучих жидкостей их не переносят в другие контейнеры в месте отбора проб. Пробы доставляют в лабораторию в первоначальном контейнере, охлажденном и перевернутом, в случае необходимости. Большая осторожность требуется, если проба содержит и летучие компоненты, и свободную воду.

А.2 Гомогенизация образцов

А.2.1 Введение

Необходимы специальные процедуры для гомогенизации проб, которые содержат воду и осадок или находятся в любой другой неоднородной форме, перед перенесением их из первоначального контейнера для пробы в меньшие контейнеры или аппараты для лабораторного испытания. Процедуры для проверки того, что проба перед ее перенесением удовлетворительно перемешана, приведены в А.3.

Невозможно вручную перемешивать маленькие пробы жидкостей, содержащих воду и осадок, чтобы в достаточной степени распределить воду и осадок в пределах пробы. Необходимо энергичное механическое или гидравлическое перемешивание, чтобы гомогенизировать пробу перед ее переносом в меньшие контейнеры или отбором образца.

Гомогенизация может быть достигнута различными методами. Независимо от используемого метода рекомендуется, чтобы система гомогенизации приводила к образованию водяных капель размером менее 50 нм, но не менее 1 нм. Водяные капли размером менее 1 нм образуют устойчивую эмульсию, и тогда содержание воды не может быть определено методами центрифугирования.

А.2.2 Гомогенизация с использованием механической мешалки высокого усилия сдвига

Вставляют высокоэффективную механическую мешалку в контейнер для пробы так, чтобы область действия вращающегося элемента находилась на расстоянии не выше 30 мм от основания контейнера. Обычно подходящей является мешалка с противоположно вращающимися лопастями со скоростью вращения приблизительно 3000 об/мин (50 с^{-1}). Могут быть использованы мешалки других конструкций, если результат их работы является удовлетворительным.

Записывают температуру пробы перед перемешиванием. Чтобы минимизировать потери легких фракций остаточных нефтепродуктов, содержащих летучие соединения, управляют мешалкой через уплотнитель в крышке контейнера для пробы. Перемешивают пробу до полной гомогенизации.

Примечание — Перемешивания в течение 5 мин иногда достаточно для гомогенизации пробы, при этом размер контейнера и специфика пробы влияют на время гомогенизации.

Записывают температуру пробы сразу после перемешивания. Если повышение температуры в течение перемешивания превышает $10 \text{ }^\circ\text{C}$, необходимо охладить пробу и повторить перемешивание при меньшей мощности.

Примечание — Повышение температуры более чем на $10 \text{ }^\circ\text{C}$ может привести к уменьшению вязкости, необходимой для осаждения осадка.