

УДК 620.11:006:665.61:662.75

АНАЛИЗ ОБЕСПЕЧЕННОСТИ ГОСУДАРСТВЕННЫМИ СТАНДАРТНЫМИ ОБРАЗЦАМИ СОСТАВА И СВОЙСТВ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

© К. В. Шаталов¹

Статья поступила 14 марта 2014 г.

Приведены сведения о количестве утвержденных типов государственных стандартных образцов состава, свойств нефти и нефтепродуктов, их производителях, результаты сопоставления перечня показателей качества, указанных в нормативно-технических документах на нефть и основные виды нефтепродуктов, с данными утвержденных типов ГСО. Представлен перечень методов испытаний нефтепродуктов, для которых разработка ГСО является наиболее актуальной.

Ключевые слова: Государственные стандартные образцы; нефть; нефтепродукты.

Работы по созданию отечественных стандартных образцов состава и свойств нефтепродуктов начаты в 80-е годы прошлого века, а в 1987 г. был зарегистрирован первый государственный стандартный образец (ГСО) свойств нефтепродуктов — ГСО 4088–87

¹ 25 ГосНИИ химмотологии Минобороны России, Москва, Россия; e-mail: 1499090@mail.ru

«СО температуры вспышки в закрытом тигле (углеводороды) ТЗТ-1». Стандартные образцы свойств нефтепродуктов в России впервые были выпущены отраслевой научно-исследовательской лабораторией метрологического обеспечения методов испытаний состава и свойств нефти и нефтепродуктов Уфимского нефтяного института, позднее преобразованной в

АНО НПО «ИНТЕГРСО» [1]. С 2000 г. стандартные образцы свойств нефти и нефтепродуктов стали производить и другие организации, что привело к резкому увеличению числа ежегодно утверждаемых типов ГСО (табл. 1).

В настоящее время в Российской Федерации представлены стандартные образцы 17 производителей, при этом почти 80 % ГСО изготовлены четырьмя организациями: АНО НПО «ИНТЕГРСО» (совместно с ООО «ИНТЕГРСО»), ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», ООО «Экохим» и ООО «Нефть-Стандарт» [2].

По состоянию на начало 2014 г. в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее — Информационный фонд) представлены сведения о 16 типах стандартных образцов для комплексной оценки состава и свойств нефти, газового конденсата и других нефтепродуктов, а также о 662 типах стандартных образцов для оценки 63 показателей качества нефти и нефтепродуктов [2]. Количество

типов государственных стандартных образцов состава, свойств нефти и нефтепродуктов приведены ниже:

Наименование ГСО	Количество типов
ГСО для комплексной оценки состава, свойств нефти и нефтепродуктов	16
Состав газового конденсата	3
Состав и свойства:	
нефти	5
нефтяного кокса	1
автомобильного бензина	3
дизельного топлива	2
масла базового	2
ГСО для оценки состава и свойств нескольких видов нефтепродуктов	339
Массовая доля:	
серы	103
микропримесей серы	15
воды	39
механических примесей	29
Фракционный состав	26
Плотность	38
Плотность и кинематическая вязкость	1
Вязкость	66

Таблица 1. Сведения об утверждении типов ГСО

Год утверждения	Количество типов ГСО, утвержденных за год	Производитель
1987	9	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО»
1989	4	
1990	16	
1992	4	
1993	19	
1994	15	
1996	1	
1997	5	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», Petroleum Analyzer Corporation GmbH
1998	3	ФГУ «Тюменский ЦСМ»
2000	6	ООО «Экохим»
2001	17	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Экохим»
2002	58	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Экохим», ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», ЗАО «ЭНЕРГОПРОМ-НовЭЗ», Petroleum Analyzer Corporation GmbH
2003	36	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Экохим», Petroleum Analyzer Corporation GmbH
2004	70	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», ООО «Экохим», ФГУ «ТЮМЕНСКИЙ ЦСМ», ОАО «Газпромнефть-ОНПЗ», Analytical Services Inc, ООО «Р-АСА»
2005	11	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Экохим»
2006	26	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Экохим», ЗАО «НПО «Электрум», ОАО «Газпром-нефть-ОНПЗ»
2007	24	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Экохим», ФГУ «Тюменский ЦСМ»
2008	112	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», ООО «Серволаб», ЗАО «Сибтехнология», ООО «Нефть-Стандарт», ФГУ «ЦСМ Республики Башкортостан», ООО «НПЦ МАРСО», ЗАО «НПО «Электрум», Chevron Phillips Chemical Company LP, Фирма «Sigma-Aldrich Corporation»
2009	122	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (в т.ч. совместно с СПбГУ и ООО «МОНИТОРИНГ»), ООО «Серволаб», ЗАО «Сибтехнология», ООО «НПЦ МАРСО», ООО «Нефть-Стандарт», ООО «Экохим», Analytical Services Inc, ФГУП «УНИИМ», ООО «Р-АСА»
2010	55	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (в т.ч. совместно с ООО «Петроаналитика»), ООО «Нефть-Стандарт», ООО «Серволаб», ЗАО «Сибтехнология», ООО «НПЦ МАРСО»
2011	31	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Петроаналитика», ООО «Нефть-Стандарт», ООО «Серволаб», ЗАО «Сибтехнология»
2012	20	ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», ООО «Нефть-Стандарт», ООО «Петроаналитика», ООО «Экохим»
2013	14	АНО НПО «ИНТЕГРСО», ООО «ИНТЕГРСО», ООО «Петроаналитика», ООО «Экохим», Индивидуальный предприниматель Калачева Н. И.

Содержание ВКЩ (рН водной вытяжки)	2
Температура текучести и температура застывания	13
Коксуемость	4
Зольность	2
Содержание металлов	1
ГСО состава и свойств нефти	47
Вязкость нефти	1
Фракционный состав и массовая доля парафина в нефти	1
Массовая доля парафина в нефти	3
Массовая доля сероводорода, этил- и метилмеркаптанов в нефти	1
Массовая концентрация хлористых солей в нефти	31
Массовая доля хлорорганических соединений в нефти	10
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	5
Объемная доля ароматических и олефиновых углеводородов	1
Массовая концентрация: фактических смол	1
свинца	5
железа	4
марганца	4
Объемная (массовая) доля: оксигенатов	3
N-монометиланилина	3
ГСО состава и свойств топлива для реактивных двигателей и дизельного топлива	97
Массовая доля полициклических ароматических углеводородов	3
Массовая доля меркаптановой серы	15
Температура вспышки в закрытом тигле	33
Кислотность	19
Йодное число	6
Удельная электрическая проводимость авиационных топлив	1
Высота некоптящего пламени	1
Температура начала кристаллизации	3
Самовоспламеняемость дизельных топлив (цетановое число)	3
Коэффициент фильтруемости	1
Предельная температура фильтруемости	4
Температура помутнения	3
Смазывающая способность	2
Массовая концентрация фактических смол	2
Фракционный состав и массовая доля воды	1
ГСО состава и свойств масел	85
Массовая доля: фосфора	12
кальция и цинка	3
ионола в трансформаторных маслах	3
фуранового производного в трансформаторных маслах	2
Содержание водорастворимых кислот в трансформаторном масле	1
Массовая доля сульфатной золы	1
Щелочное число	12
Кислотное число	21
Испаряемость моторных масел	1
Счетная концентрация частиц в масле	1
Температура вспышки в открытом тигле	25
Пробивное напряжение жидких углеводородов	1
Тангенс угла диэлектрических потерь	2
ГСО свойств пластичных смазок	6
Коллоидная стабильность	3
Температура каплепадения	3

ГСО свойств мазута	2
Условная вязкость	2
ГСО свойств битумов	8
Растяжимость (дуктильность) нефтяных битумов	4
Глубина проникания иглы (пенетрация) битумов	2
Температура хрупкости	2
ИТОГО	678

Основными потребителями ГСО состава и свойств нефти и нефтепродуктов являются лаборатории, аккредитованные на право контроля качества нефтепродуктов. По данным, приведенным на портале Федеральной службы по аккредитации, в России зарегистрировано 1163 лаборатории, в области аккредитации которых указаны нефть и различные виды нефтепродуктов, из них 42 лаборатории (НПЗ, НИИ и др.) в области аккредитации имеют от 40 до 60 показателей качества и 1121 лаборатория (нефтебазы, лаборатории промышленных предприятий и т.п.) — от 10 до 20 показателей качества [3].

ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 требует от аккредитованной лаборатории проводить процедуры оценки неопределенности измерений [4, п. 5.4.6.2], например, контроль стабильности погрешности результатов испытаний (расширенной неопределенности) в лаборатории с использованием контрольных карт Шухарта или контрольных карт кумулятивных сумм. С учетом положений РМГ-76 ([5], 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. Исходя из этого, общую потребность в стандартных образцах состава и свойств нефтепродуктов можно оценивать до 1350 тыс. единиц в год.

Опыт общения с представителями лабораторий, контролирующих 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 45,0 – 46,0 тыс. единиц в год. Широкое внедрение ГСО состава и свойств нефтепродуктов в практику работы лабораторий сдерживают 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 [5] 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.

Однако благодаря появлению большого числа типов стандартных образцов состава, свойств нефти и нефтепродуктов, ежегодному сокращению числа показателей качества, для которых отсутствуют ГСО,



Обеспеченность испытаний нефти и основных видов моторных топлив стандартными образцами

они стали эффективным инструментом в обеспечении качества испытаний в лабораториях отечественных организаций нефтепродуктообеспечения.

Сопоставление показателей качества, приведенных в нормативно-технических документах на разные виды нефтепродуктов, с данными Информационного фонда показывает, что испытания нефти полностью обеспечены стандартными образцами, а испытания основных видов моторных топлив — в среднем на 88 % (см. рисунок).

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

окислительной стабильности автомобильного бензина по индукционному периоду (ГОСТ 4039, ГОСТ Р 52068, EN ISO 7536–95, ASTM D 525–2001);

окислительной стабильности дизельных топлив (EN ISO 12205–1996, ASTM D 2274–2003);

содержания метиловых эфиров жирных кислот в дизельном топливе (EN 14078–2003);

цвета (ГОСТ 20284, ГОСТ Р 51933, ASTM D 156, ASTM D 1500);

теплоты сгорания и вычисления низшей теплоты сгорания (ГОСТ 21261, ASTM D 5468, ASTM D 5865, ASTM D 4809, ISO 1928);

мыл нафтеновых кислот в топливах для реактивных двигателей (ГОСТ 21103);

люминометрического числа топлив для реактивных двигателей (ГОСТ 17750);

термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей (метод JFTOT, ГОСТ Р 52954, ASTM D 3241);

термоокислительной стабильности топлив для реактивных двигателей статических условиях (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. В связи с этим уместно сосредоточить усилия на разработке 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 СО испытания авиационных масел и минеральных моторных масел (табл. 2).

Отсутствуют стандартные образцы для двадцати двух методов испытаний смазочных масел (табл. 3). Практически все перечисленные методы испытаний имеют важное эксплуатационное значение, и разработка соответствующих ГСО является крайне актуальной задачей.

Таблица 2. Обеспеченность ГСО испытаний смазочных масел

Нефтепродукты — масла	Количество показателей качества, указанных в нормативной документации, ед.	Количество утвержденных типов ГСО, ед.	Процент обеспеченности, %
Моторные:			
для автомобильной техники (на минеральной основе)	21	12	57,1
для автомобильной техники (на синтетической и полусинтетической основе)	17	13	76,5
для судовых и тепловозных дизельных двигателей	19	13	68,4
Авиационные	18	10	55,5
Трансмиссионные	21	14	66,7
Компрессорные	18	12	66,7
Турбинные	19	14	73,7
Гидравлические	12	10	83,3
Индустриальные	16	10	62,5
Электроизоляционные	18	14	77,8

Особенно следует отметить потребность в стандартных образцах для методов оценки динамической вязкости по ГОСТ Р 52257, ASTM D 5293 и определения трибологических характеристик на четырехшариковой машине по ГОСТ 9490.

Обеспеченность стандартными образцами испытаний нефтяных битумов составляет от 25 до 66 %. Минимально обеспечены СО испытания жидких дорожных битумов (табл. 4).

Отсутствуют стандартные образцы для семи методов испытаний нефтяных битумов (табл. 5). Из табл. 5 следует, что наиболее актуальной задачей является разработка ГСО для методов определения температуры размягчения по ГОСТ 11506 и изменения температуры размягчения после прогрева по ГОСТ 18180.

К сожалению, практически отсутствуют стандартные образцы для испытаний пластичных смазок. Из 15 показателей, которые характеризуют качество пла-

Таблица 3. Методы испытаний смазочных масел, для которых отсутствуют ГСО

Наименование метода испытания	Область применения метода испытания масел													
	Моторные													
	для автомо- бильной техники													
	на минеральной основе	на синтетической и полу- синтетической основе	для судовых и тепловозных дизельных двигателей	Авиационные	Турбинные	Трансмиссионные	Компрессорные	Гидравлические	Индустриальные	Электроизоляционные				
Метод определения:														
моющих свойств по ГОСТ 5726	+		+			+								
кинематической вязкости при отрицательных температурах по ГОСТ 33, ASTM D 445, ASTM D 446, ASTM D 2170, ISO 3104, ISO 3105	+		+											+
динамической вязкости на ротационном вискозиметре по ГОСТ 1929	+					+								
динамической вязкости с использованием минироторного вискозиметра MRV по ASTM D 4684, ASTM D 6896, ГОСТ Р 52257			+											
динамической вязкости с использованием имитатора холодной прокрутки CCS по ASTM D 5293			+											
цвета по ГОСТ 20284, ГОСТ Р 51933, ASTM D 156, ASTM D 1500	+		+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
коррозионности на пластинках из свинца по ГОСТ 20502	+		+	+			+							
антикоррозионных свойств на стальных стержнях по ГОСТ 19199					+		+							
испаряемости в чашечках по ГОСТ 20354				+										
стабильности по индукционному периоду осадкообразования по ГОСТ 11063	+		+			+								
стабильности против окисления по ГОСТ 981					+	+		+						+
термоокислительной стабильности и коррозионной активности по ГОСТ 20944					+				+					
термоокислительной стабильности в объеме масла по ГОСТ 23797					+									
стабильности против окисления по ГОСТ 18136						+							+	
трибологических характеристик на четырехшариковой машине по ГОСТ 9490	+				+		+			+		+	+	
содержания бария по ГОСТ 13538	+		+											
концентраций бария и магния по ГОСТ Р 52666			+											
содержания хлора в маслах с присадками по ГОСТ 20242						+								
склонности к пенообразованию по ASTM D 892			+										+	
времени деэмульсации по ГОСТ 12068						+								
содержания селективных растворителей по ГОСТ 1057								+		+		+	+	+
Метод оценки моторных свойств и определения термоокислительной стабильности по ГОСТ 23175	+				+		+	+		+		+		

Таблица 4. Обеспеченность ГСО испытаний нефтяных битумов

Вид нефтепродуктов	Количество показателей качества, указанных в нормативной документации, ед.	Количество утвержденных типов ГСО, ед.	Процент обеспеченности, %
Битумы нефтяные:			
дорожные вязкие	6	4	66,7
дорожные жидкие	4	1	25,0
кровельные	9	5	55,6
строительные	7	4	57,1
изоляционные	8	4	50,0

Таблица 5. Перечень методов испытаний нефтяных битумов, для которых отсутствуют ГСО

Наименование метода испытания	Область применения метода испытания — битумы нефтяные				
	дорожные вязкие	дорожные жидкие	кровельные	строительные	изоляционные
Метод определения:	+	+	+	+	+
температуры размягчения по кольцу и шару по ГОСТ 11506	+	+	+	+	+
изменения массы после прогрева по ГОСТ 18180	+		+	+	+
условной вязкости по ГОСТ 11503		+			
количества испарившегося разжижителя из жидких битумов по ГОСТ 11504		+			
растворимости битумов по ГОСТ 20739			+	+	
содержания парафина в битумах по ГОСТ 17789, ГОСТ 28967			+		+
водонасыщенности за 24 ч по п. 3.2 ГОСТ 9812					+

стичных смазок, стандартные образцы имеются только для двух показателей.

Таким образом, 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 испытания нефти полностью обеспечены стандартными образцами, а по основным видам нефтепродуктов обеспеченность составляет от 55 до 86 %. Наиболее актуальной представляется разработка ГСО для методов оценки термоокислительной стабильности в статических (по ГОСТ 11802) и динамических (по ГОСТ Р 52954) условиях, 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. Мухамедзянов Р. А., Мухамедзянов А. Х. Стандартные образцы для контроля качества нефти и нефтепродуктов / Методы оценки соответствия. 2011. № 10. С. 27 – 32.
2. Сведения об утвержденных типах стандартных образцов [Электронный ресурс] / Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений: сайт. — Режим доступа: http://www.fundmetrology.ru/09_st_obr/list.aspx (дата обращения: 12.02.14).
3. Реестр органов по сертификации и аккредитованных испытательных лабораторий (центров) [Электронный ресурс] / Федеральная служба по аккредитации: сайт. — Режим доступа: <http://fsa.gov.ru/opendata/7736638268-rao.html> (дата обращения: 05.03.14).
4. ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. — М.: Стандартинформ, 2012. — 32 с.
5. РМГ 76–2004. Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. — М.: Стандартинформ, 2006. — 87 с.