

 БЪЛГАРСКИ ИНСТИТУТ ЗА СТАНДАРТИЗАЦИЯ	ПРОЕКТ НА БЪЛГАРСКИ СТАНДАРТ	прБДС 17411
	НЕФТ И НЕФТОПРОДУКТИ Определяне съдържанието на механични примеси чрез филтриране	
ICS 75.080		Заменя СТ на СИВ 2876:1981
Crude oil and Petroleum products - Determination of mechanical impurity content by filtration		
<p><u>ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:</u> Този документ е проект на БДС 17411:2021 на етап „Обществено допитване“ за получаване на становища по неговото съдържание. Документът не трябва да се разглежда като български стандарт.</p> <p>Този проект е актуален до 29.11.2021 г.</p> <p>Когато този документ се одобри, неговото съдържание може да бъде различно от това на проекта.</p>		
<p style="text-align: right;"><i>Стр. 1, вс. стр. 8</i></p>		

СЪДЪРЖАНИЕ

Предговор	3
1 Обект и област на приложение	4
2 Нормативни позовавания	4
3 Принцип	4
4 Реагенти и материали	4
5 Апаратура	4
6 Вземане на проби	5
7 Процедура	5
8 Изчисляване	7
9 Прецизност	7
10 Протокол от изпитването	7

ПРОЕКТ

ПРЕДГОВОР

Този документ е разработен с участието на БИС/ТК 67 „Нефтопродукти и смазочни материали“.

Този документ заменя и отменя СТ на СИВ 2876:1981.

Спрямо предишното издание са направени следните промени:

- осъвременена е структурата на стандарта;
- добавена е точка 2 „Нормативни позовавания“;
- преработена е точка 1 „Същност на метода“ в точка 3 „Принцип“;
- добавена е точка 4.6 „Алкохолно-бензинова смес“ в точка 4 „Реагенти и материали“;
- добавена е точка 6 „Вземане на проби“, като са позовани актуалните стандарти за вземане на проби;
- точка 3 и 4 стават 7.1 и 7.2 и са обединени в точка 7 Процедура, като:
 - отпада текста от точка 4 „Провеждане на определянето“: „В случай, че се определя и съдържанието на вода в пробата, при неарбитражни изпитвания, може да се използва и оставащия безводен разтвор на пробата“ поради неприложимост;
 - отпада забележката от текста на точка 4 „Провеждане на определянето“, поради неприложимост;
- преработена е точка 5 „Изчисляване на резултатите“ в точка 8 „Изчисляване“;
 - отпадат два текста от точка 5 „Изчисляване на резултатите“, поради неприложимост;
- добавени са нови точки 9 „Прецизност“ и 10 „Протокол от изпитването“.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Прилагането на този документ може да бъде свързано с опасни материали, действия и съоръжения. Стандартът не разглежда всички въпроси за безопасност, свързани с неговото прилагане. Отговорност на ползвателите на този документ е да предприемат необходимите мерки, за да гарантират безопасността и здравето на персонала преди прилагането на този документ и да изпълняват законовите и нормативни изисквания за тази цел.

1 Обект и област на приложение

Този документ описва процедура за определяне съдържанието на механични примеси в нефт и течни нефтопродукти.

Методът не се отнася за отработени масла, пластични смазки и битуми.

ЗАБЕЛЕЖКА: За целите на този стандарт, терминът „% (m/m)“ се използва за означаване на масова част.

2 Нормативни позовавания

Следните документи са позовани в текста по такъв начин, че част от тях или цялото им съдържание представлява изисквания на този документ. За датираните позовавания се прилага само цитираното издание. За недатираните позовавания се прилага последното издание на позовавания документ (включително измененията).

БДС EN ISO 3170	<i>Течни нефтопродукти. Ръчно вземане на проби</i>
БДС EN ISO 3171	<i>Течни нефтопродукти. Автоматично вземане на проби от тръбопровод</i>
БДС EN ISO 3819	<i>Лабораторна стъклария. Чаши</i>

3 Принцип

Пробата се разтваря в разтворител (бензин или толуен) и се филтрира. Утайката върху филтъра се обезмаслява, суши се и се претегля. За съдържание на механични примеси се приема количеството на утайката върху филтъра, изразено в проценти.

4 Реагенти и материали

- 4.1 **Бензин**, с интервал на кипене от 60 °C до 120 °C
- 4.2 **Толуен**, със степен на чистота „за анализ“.
- 4.3 **Етилов алкохол, 96 %**, със степен на чистота „за анализ“.
- 4.4 **Етилов етер**, със степен на чистота „за анализ“.
- 4.5 **Алкохолно-етерна смес**, в съотношение 1:4.
- 4.6 **Алкохолно-бензинова смес**, в съотношение 1:4.
- 4.7 **Разтвор на сребърен нитрат**, 0,1 mol/dm³.

ЗАБЕЛЕЖКА: Изброените реагенти трябва да се филтрират преди започване на изпитването, ако съдържат механични примеси.

5 Апаратура

5.1 Апаратура за филтриране под вакуум

5.2 Филтри: книжен филтър, с размер на порите от 7 μm до 12 μm (бяла лента) или стъклен филтър Por 10 с размер на порите от 3 μm до 10 μm .

ЗАБЕЛЕЖКА: Арбитражните изпитвания се провеждат с книжен филтър.

5.3 Стъклена фуния за филтриране, с диаметър около 70 mm.

5.4 Аналитична везна, с точност до 0,0002 g.

5.5 Чаши, от 400 ml до 800 ml, съответстващи на БДС EN ISO 3819.

5.6 Стъклена пръчка с гумен накрайник.

5.7 Сушилен шкаф, неподвижен (без вентилационна циркулация), взривозащитен, с възможност за нагряване до (105 ± 2) °C.

5.8 Ексикатор без сушител

5.9 Водна или вакуум помпа.

5.10 Тегловни стъкла, с диаметър около 60 mm (при използване на стъклени филтри тегловни стъкла не са необходими).

5.11 Водна баня

6 Вземане на проби

Освен ако не е определено друго в техническата спецификация, пробите се вземат съгласно БДС EN ISO 3170 или БДС EN ISO 3171.

7 Процедура

7.1 Подготовка за изпитването

7.1.1 Книжният или стъкленият филтър се промива с такъв разтворител, с който ще се извършва изпитването. Книжният филтър, поставен в чисто и сухо тегловно стъкло с отворен капак или стъкленият филтър се сушат до постоянно тегло в сушилен шкаф (5.7) при температура (105 ± 2) °C, в продължение на 45 min. Тегловното стъкло със затворен капак и книжния филтър в него или стъкленият филтър се охлаждат в ексикатор, в продължение на 30 min. Тегловното стъкло с книжния филтър и затворен капак или стъкленият филтър се претеглят, с точност до 0,0002 g, до постоянна маса (M_1). За постоянна се приема масата, при която разликата между две последователни претегления не превишава 0,0004 g.

7.1.2 Ако при изпитването се използва като разтворител алкохолно-етерна смес (4.5), преди сушене и претегляне за довеждане до постоянна маса, филтрите допълнително се обработват с 50 ml горещ алкохол (4.3).

При извършване на изпитването се препоръчва промиване на филтрите с 50 ml гореща дестилирана вода.

7.1.3 Непосредствено преди вземане на порция от пробата за изпитване, нефтопродуктът се разбърква добре чрез енергично разклащане в продължение на 5 min в бутилка, запълнена не повече от $\frac{3}{4}$ от обема ѝ.

7.1.4 Парафинестите и вискозните нефтопродукти, при необходимост, предварително се загряват от 40 °С до 80 °С.

7.2 Провеждане на изпитването

7.2.1 Веднага след разбъркването съгласно 7.1.3 определена маса от пробата за изпитване (В), съгласно таблица 1, се претегля в чаша (5.5) и се разрежда с разтворител (4.1 или 4.2), загрят на водна баня до температура от 50 °С до 60 °С, в количество, съгласно таблица 1.

Таблица 1 – Маса на пробата за изпитване и съотношение на разреждане с разтворител

Вид на пробата	Маса на пробата (В) g	Точност на теглене g	Съотношение: обем на разтворителя/обем на пробата
Течни нефтопродукти с вискозитет при 100 °С не повече от 20 mm ² /s	100	0,05	от 2 до 4
Течни нефтопродукти с вискозитет при 100 °С не по-малко от 20 mm ² /s	50	0,01	от 4 до 6
Нефт със съдържание на механични примеси не повече от 1 % (m/m)	50	0,01	от 5 до 10
Котелни горива със съдържание на механични примеси не повече от 1 % (m/m)	25	0,01	от 5 до 10
Котелни горива със съдържание на механични примеси не по-малко от 1 % (m/m)	10	0,01	до 15

7.2.2 Ако пробата за изпитване съдържа неразтворими в бензин компоненти, трябва да се използва толуен за разтворител. Толуенът се използва при изпитване на нефт, тъмни, неочистени нефтопродукти и смазочни масла с присадки с повишена алкалност.

7.2.3 Съдържанието на чашата се филтрира през книжен или стъклен филтър (5.2), подготвен по точка 7.1.1. Ако филтрирането протича бавно, за ускоряването му, при използване на книжен филтър, се допуска прилагане на вакуум.

7.2.4 Количеството утайка от чашата се прехвърля върху филтъра с помощта на стъклена пръчка (5.6) и се промива с разтворител, докато капка от филтрата върху филтърна хартия не оставя маслено петно след изпаряване.

7.2.5 Ако наличието на вода в пробата за изпитване затруднява филтрирането, разтворът на пробата се оставя да престои в продължение на 10 до 20 min, след което отново се филтрира бензиновият/толуеновият разтвор чрез внимателно отдекантиране. Остатъкът се разрежда обемно с 5 до 15кратно количество алкохолно-етерна смес (4.5) и също се пренася върху филтъра. Механичните примеси върху филтъра се промиват с алкохолно-етерна смес (4.5) и загрят до температура 50 °С до 60 °С разтворител (4.1 или 4.2).

7.2.6 Ако за масла с присадки се препоръчва промиване с вода, то обезмаслените механични примеси върху филтъра се промиват с предварително загрята алкохолно-бензинова смес (4.6), след което филтърът се суши в сушилен шкаф (5.7) при температура (105 ± 2) °С, в продължение на 10 до 15 min и тогава се промива с от 200 ml до 250 ml гореща дестилирана вода.

7.2.7 При определяне съдържанието на механични примеси в нефт, промиването на филтъра с гореща вода продължава до отсъствие на хлорни йони във филтрата. Наличието на хлорни йони се определя с разтвор на сребърен нитрат, 0,1 mol/dm³.

7.2.8 Промитият и обработен (с гореща вода, когато е необходимо) книжен филтър с механичните примеси се поставя в тегловно стъкло без капак или стъклен филтър и се суши до постоянна маса в сушилен шкаф (5.7) при температура (105 ± 2) °С в продължение на не по-малко от 45 min. След това тегловното стъкло се

затваря и заедно с книжния или стъклен филтър се охлажда в ексикатор, в продължение на 30 min, след което се претегля с точност до 0,0002 g, до постоянна маса (M_2).

8 Изчисляване

Съдържанието на механични примеси (M) в изпитваната проба, изразено в процент от масата, % (m/m), се изчислява по формулата:

$$M = \frac{(M_2 - M_1)}{B} \cdot 100 \quad (1)$$

където:

- M_1 масата на тегловното стъкло с чистия и обработен книжен филтър или масата на подготовения стъклен филтър, g;
- M_2 масата на тегловното стъкло с книжния филтър с механичните примеси или масата на стъкления филтър с механичните примеси, g;
- B масата на пробата, g.

За резултат от изпитването се приема средноаритметичната стойност на резултатите от две паралелни определяния, ако отговарят на 9.1.

9 Прецизност

9.1 Повторяемост, r

Разликата между два резултата от изпитване, получени от един и същ оператор, с една и съща апаратура, при постоянни работни условия, върху един и същ материал за изпитване, при многократно нормално и правилно прилагане на метода за изпитване може да превишава стойностите, дадени в таблица 2, само в един от двадесет случая.

9.2 Възпроизводимост, R

Разликата между два единични и независими резултата от изпитване, получени от различни оператори, работещи в различни лаборатории, върху един и същ материал за изпитване, при многократно нормално и правилно прилагане на метода за изпитване може да превишава стойностите, дадени в таблица 2, само в един от двадесет случая.

Таблица 2 – Стойности за прецизност за съдържание на механични примеси

Съдържание на механични примеси % (m/m)	Повторяемост, r % (m/m)	Възпроизводимост, R % (m/m)
до 0,01	0,0025	0,005
над 0,01 до 0,1	0,005	0,01
над 0,1 до 1,0	0,01	0,02
над 1,0	0,1	0,20

Съдържанието на механични примеси, равно на или по-малко от 0,005 %, се счита за отсъствие на механични примеси в продукта.

10 Протокол от изпитването

Протоколът от изпитване трябва да съдържа най-малко следната информация:

- a) позоваване на този документ, т.е. БДС 17411;
- b) вид и пълна идентификация на пробата за изпитване;
- c) резултат от изпитването (виж точка 10);
- d) всяко отклонение от определената процедура, по споразумение или по друга причина;
- e) дата на изпитването.

ПРОЕКТ