

07.08.2019

Бури! Качай!



Самое важное и интересное для профессионалов нефтегазовой отрасли

Определение хлорорганических соединений в нефти

В соответствии с техническим регламентом Евразийского экономического союза «О безопасности нефти, подготовленной к транспортировке и (или) использованию» (ТР ЕАЭС 045/2017) массовая доля органических хлоридов во фракции нефти, выкипающей до температуры 204°C, должна быть не более 6 ppm.

Наличие хлорорганических соединений является потенциально опасным для нефтеперерабатывающих процессов и выявляется в процессе очистки технологического оборудования, трубопроводов или резервуаров. Образовавшаяся в реакторах гидроочистки или риформинга соляная кислота приводит к коррозии оборудования.

Определение хлорорганических соединений в нефти может выполняться с помощью нескольких методов, описанных в разных нормативных документах:

- ГОСТ 31378-2009 Нефть. Общие технические условия
- ГОСТ Р 51858-2002 Нефть. Общие технические условия
- ГОСТ Р 52247-2004 Нефть. Методы определения хлорорганических соединений
- ГОСТ 33342-2015 Нефть. Методы определения органического хлора

Внимание! В настоящий момент идет публичное обсуждение проекта ГОСТ Р Нефть. Методы определения хлорорганических соединений. Дата окончания публичного обсуждения — 19.09.2019.

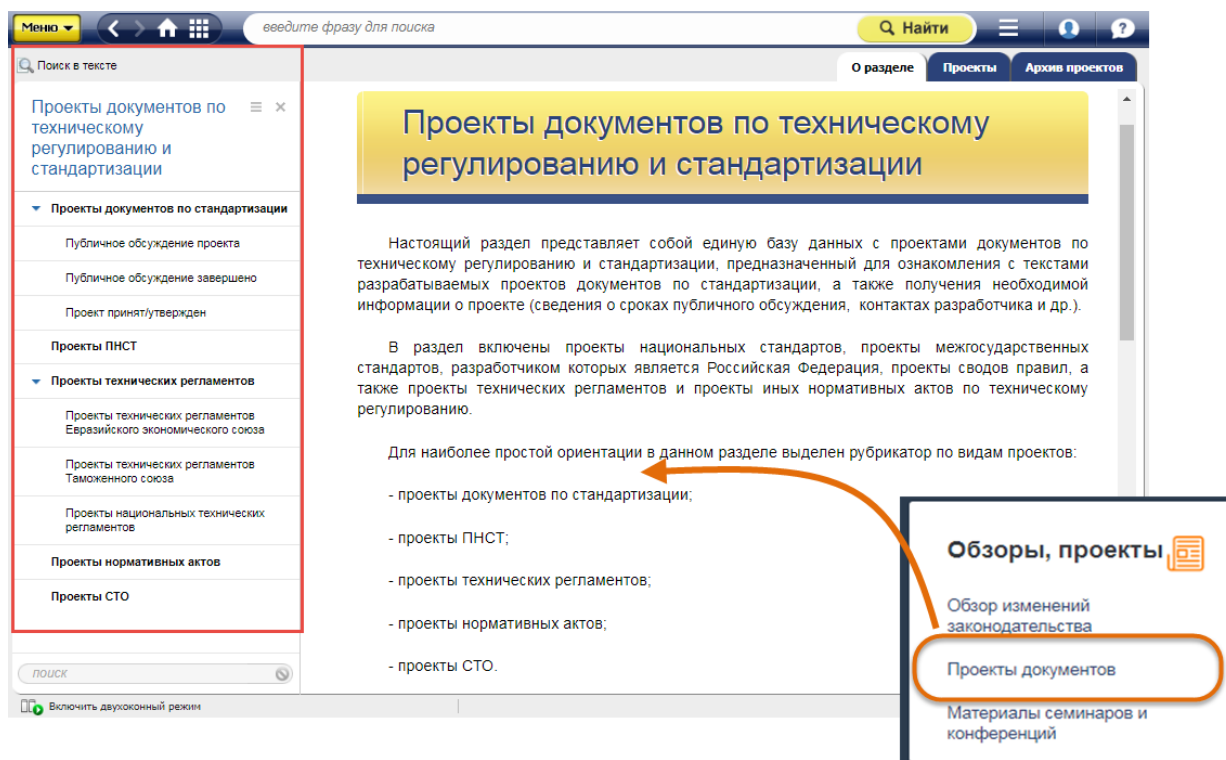
Используйте сервис **Проекты документов по техническому регулированию и стандартизации** для получения необходимой информации о проектах: сведения о сроках публичного обсуждения, сведения о разработчике и др.

В сервисе представлены следующие виды проектов:

- национальные стандарты,
- межгосударственные стандарты, разработчиком которых является Российская Федерация,
- своды правил,
- технические регламенты.

Для большего удобства в сервисе реализован рубрикатор по этапам рассмотрения проектов:

- публичное обсуждение проекта;
- публичное обсуждение завершено;
- проект принят/утвержден.



Внимание! Для получения информации об утвержденных на территории РФ типов средств используйте сервис **Картотека типов средств измерений**.

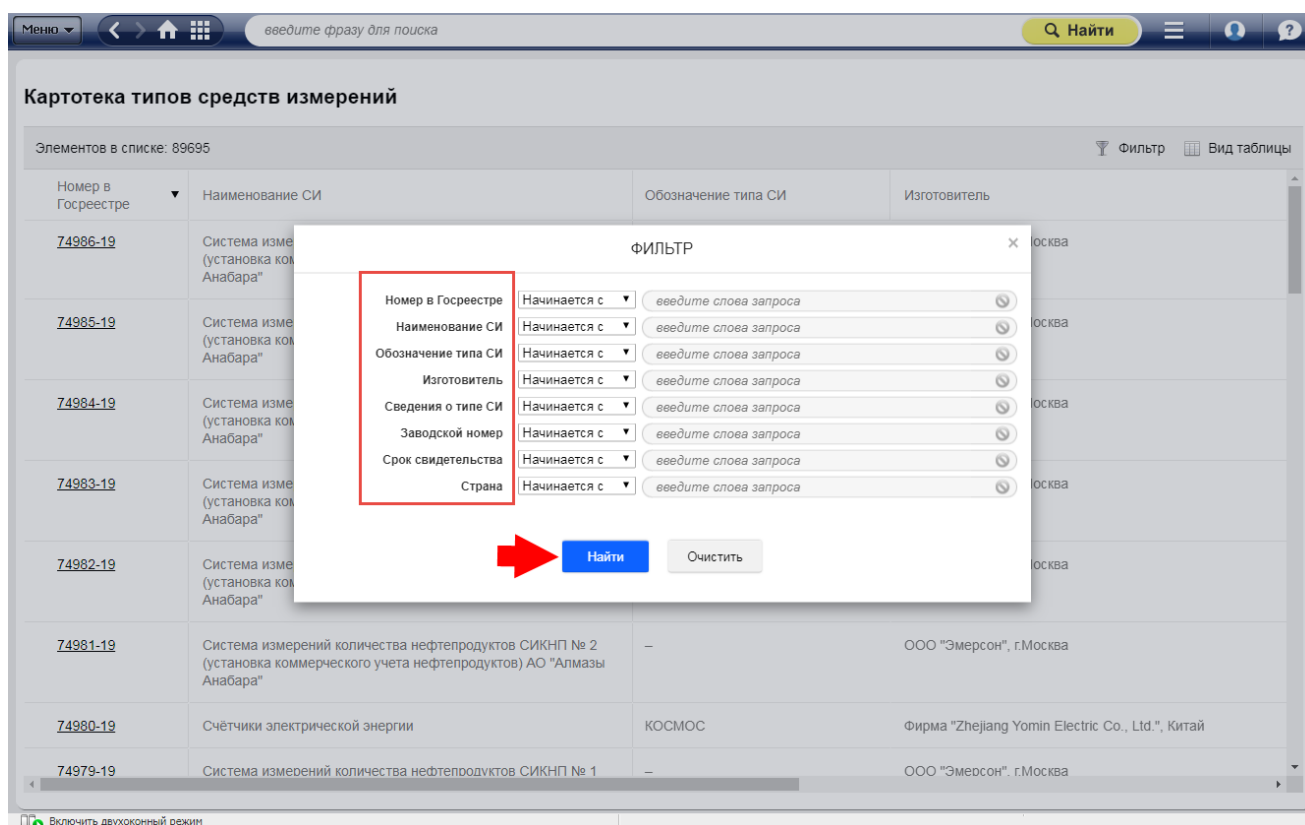
Картотека представляет следующую информацию:

- наименование СИ,
- тип СИ,
- обозначение типа,
- номер в госреестре,
- производитель,
- срок свидетельства,
- заводской номер.

Найти средство измерения в картотеке можно с помощью фильтра — выбирайте поиск по удобным для вас параметрам: номер в госреестре, наименование СИ, срок свидетельства и др.

Примеры инструментов для определения хлорорганических соединений в нефти:

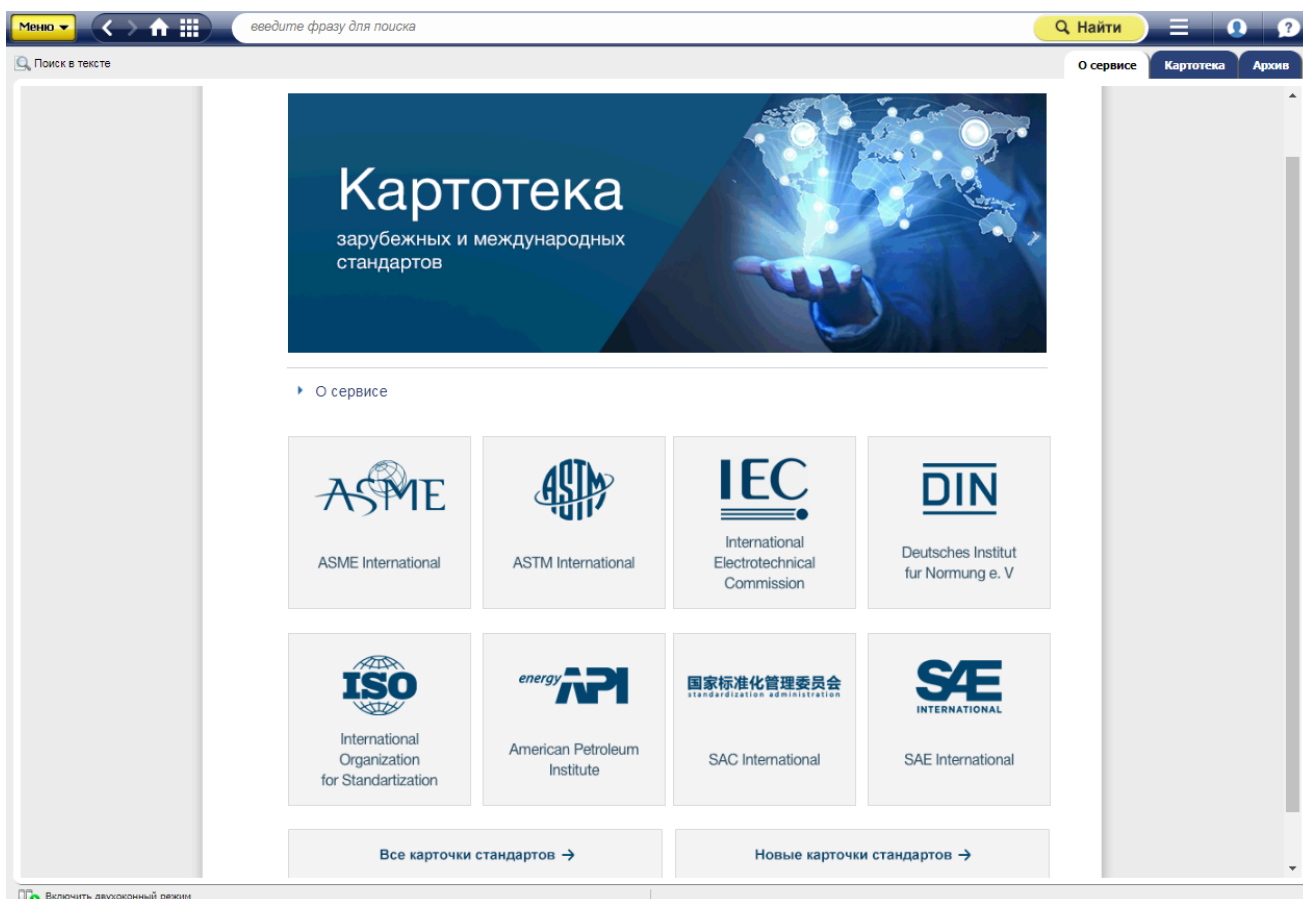
- 65146-16 Анализаторы хлора CLORA, CLORA 2XP
- 53463-13 Анализаторы нефтепродуктов Xplorer
- 55130-13 Анализаторы хлора в нефти и нефтепродуктах MultiEA 5000
- 58305-14 Аппараты рентгеновские для спектрального анализа СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM



Внимание! Информация для организаций, планирующих приобрести доступ к международным документам, а также к документам иностранных государств:

- ASTM D4929-2017 Стандартный метод испытаний для определения содержания хлорорганических соединений в сырой нефти
- ASTM D5808-2018 Стандартный метод испытаний для определения хлора в ароматических углеводородах и связанных химических продуктах микрокулонометрией
- UOP 779-2008 Определение хлоридов в нефтяных дистиллятах микрокулонометрией
- CEN 14077-2003 Нефтепродукты — Определение содержания органических галогенов — Метод окислительной микрокулонометрии
- ASTM D5194-2018 Метод определения следовых количеств хлора в жидких углеводородах титрованием
- ASTM D7457-2012 Стандартный метод испытаний для определения хлора в ароматических углеводородах и связанных химических продуктах микрокулонометрией

Информация о вышеперечисленных стандартах доступна в системе «Техэксперт: Нефтегазовый комплекс». Для получения необходимой информации о стандартах иностранных разработчиков (обозначение, наименование, сведения о разработчике и др.) используйте сервис **Картотека зарубежных и международных стандартов**.



Если у вас не подключена система **«Техэксперт: Нефтегазовый комплекс»**, вы всегда можете получить бесплатный доступ, заполнив форму справа, на странице издания.

Вопрос-ответ



Кудинова И. Е.

Вопрос:

Необходимо разъяснение по ГОСТ 52247 «Нефть. Методы определения хлорорганических соединений». Требуется определить массовую долю хлорорганических соединений по методу В.

1. В пункте 1.1 (Область применения) указывается, что настоящий стандарт по всем трем методам (А, Б, В) устанавливает определения хлорорганических соединений в нефти свыше 1 мкг/г., а в пункте 30 (Прецизионность) указывается, что прецизионность метода установлена для содержания хлора во фракции нефти в диапазоне от 5 до 50 млн⁻¹.

Тогда от какого диапазона считать повторяемость, указанную п.30.1 (1,3 млн⁻¹)? От 1 или от 5?

2. По методу (В) фракцию нефти после отгона до 204°C нужно промывать, ссылаясь на п.3.1 и п.10.2? Или не нужно промывать, ссылаясь на п.1.7 и на п.4.3?

Ответ:

1. Вы можете определять методом В ГОСТ Р 52247-2004 «Нефть. Методы определения хлорорганических соединений» содержание органически связанного хлора в диапазоне от 1 мкг/г, но проверка приемлемости результатов измерений возможна только для результатов, полученных в условиях повторяемости и воспроизводимости и находящихся в диапазоне результатов, для которого установлены значения повторяемости и воспроизводимости.

В соответствии с п.3.12 ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения» под прецизионностью понимают степень близости друг к другу независимых результатов измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях.

Если условия метода В соблюдены, а вы получили значение хлора вне диапазона от 5 до 50 млн⁻¹, можно усомниться в правильности использования метода. Кроме того, в соответствии с п.4.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 явные различия во внутрилабораторных стандартных отклонениях или в средних значениях по лабораториям могут указывать на недостаточную детализацию стандартного метода измерений и на необходимость его совершенствования.

В соответствии с разделом 30 ГОСТ Р 52247-2004 показатели прецизионности метода В установлены для содержания хлора во фракции нефти, выкипающей до 204°C, в диапазоне от 5 до 50 млн⁻¹. Показатели прецизионности установлены на спектрометре «Спектроскан МАКС GV» (Россия) с использованием стандартного образца висмута только в соответствии с CONOSTAN — Стандартный образец висмута (Bi) фирмы ConocoPhilips Specialty Products Inc.

Если вы используете другую аппаратуру или исследуемая нефть имеет отличные характеристики, вы можете получить иные значения содержания хлора. При этом показатели повторяемости и воспроизводимости, установленные в п.30.1 и 30.2 ГОСТ Р 52247-2004, будут неприменимы.

В ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений» рассмотрены факторы, влияющие на изменчивость измерений в условиях выполнения измерений в пределах лаборатории.

2. В описании метода В ГОСТ Р 52247-2004 в разделе 28 «Проведение испытаний» в п.28.1 упоминается испытуемый образец свежееотогнанной и промытой нефти. Следовательно, фракцию нефти нужно промывать.

Все остальные пункты стандарта содержат общие сведения, а к конкретному методу В относятся положения разделов 24-30 ГОСТ Р 52247-2004. Ими и следует руководствоваться при возникновении затруднений.

© АО «Кодекс», 2022

Исключительные авторские и смежные права принадлежат АО «Кодекс».

Политика конфиденциальности персональных данных