
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
2477—
2014

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения содержания воды

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 мая 2015 г. № 399-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2477—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт соответствует требованиям ASTM D 4006—12 Standard test method for water in crude oil by distillation (Стандартный метод определения воды в сырой нефти дистилляцией) в части 8.1, 9.2 и 10.2.

Степень соответствия — неэквивалентная (NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 2477—65

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

© Стандартиформ, 2015

В Российской Федерации 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

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ**Метод определения содержания воды**

Petroleum and petroleum products.
Method for determination of water content

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воды в нефти, жидких нефтепродуктах, пластичных смазках, парафинах, церезинах, восках, гудронах и битумах (далее — продукты).

Стандарт не распространяется на битумные эмульсии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

- ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора
ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия
ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия
ГОСТ ISO 3733—2013 Нефтепродукты и битуминозные материалы. Определение воды дистилляцией
ГОСТ 4095—75 Изооктан технический. Технические условия
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Тoluол. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9410—78 Ксилол нефтяной. Технические условия
ГОСТ 12433—83 Изооктаны эталонные. Технические условия
ГОСТ 14710—78 Тoluол нефтяной. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Испытуемый продукт нагревают в колбе с обратным холодильником в присутствии не смешивающегося с водой растворителя, который перегоняется вместе с водой, находящейся в образце. Конденсированный растворитель и вода постоянно разделяются в ловушке, причем вода остается в градуированном отсеке ловушки, а растворитель возвращается в дистилляционный сосуд.

4 Реактивы и материалы

4.1 Используют следующие безводные растворители:

- ксилол нефтяной марки А по ГОСТ 9410;
- толуол по ГОСТ 5789 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710;
- изооктаны эталонные по ГОСТ 12433 или изооктан технический по ГОСТ 4095;
- бензин-растворитель для резиновой промышленности — нефрас С₂ — 80/120;
- нефтяные дистилляты с пределами кипения от 100 °С до 200 °С и от 100 °С до 140 °С.

Растворитель выбирают в зависимости от испытуемых продуктов (см. 8.2).

4.2 Хромовая смесь, приготовленная по ГОСТ 4517 (2.152).

4.3 Вода дистиллированная с рН 5,4—6,6.

4.4 Ацетон по ГОСТ 2603 или по ГОСТ 2768.

4.5 Пемза, или неглазурованные фаянс и фарфор, или запаянные с одного конца стеклянные капилляры, или олеин, или силиконовая жидкость.

Допускается применять реактивы квалификации не ниже, указанной в настоящем стандарте.

5 Аппаратура

5.1 Используют аппаратуру по ГОСТ ISO 3733.

5.2 При определении содержания воды можно также применять:

- аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах со стеклянным дистилляционным сосудом (аппарат АКОВ). Для сборки аппарата допускается использовать колбы типа К-1-500-29/32 ТС, К-1-1000-29/32 ТС, К-1-2000-45/40 ТС по ГОСТ 25336 или аппарат для количественного определения содержания воды с металлическим дистилляционным сосудом вместимостью 500, 1000, 2000 см³;

- холодильник типа ХПТ по ГОСТ 25336 с длиной кожуха не менее 300 мм;

- палочку стеклянную длиной примерно 500 мм с резиновым наконечником или металлическую проволоку такой же длины с утолщением на конце;

- приемники-ловушки с меткой 25 см³ (при ожидаемом содержании воды более 25 см³), оснащенные запорным краном, с меткой 10 см³ и 2 см³; с меткой 5 см³ с ценой деления 0,1 см³ и погрешностью не более 0,05 см³;

- бюретку вместимостью 5 см³ с ценой наименьшего деления 0,02 см³;

- микропипетку вместимостью 0,5 см³ или 1 см³ с ценой наименьшего деления 0,01 см³;

- чашку фарфоровую № 4 или 5 по ГОСТ 9147;

- цилиндр мерный номинальной вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770;

- горелку газовую или электрическое нагревательное устройство для нагрева стеклянного дистилляционного сосуда;

- горелку круговую газовую с отверстиями на внутренней цилиндрической поверхности окружности для нагрева металлического сосуда для дистилляции. Размеры горелки должны позволять перемещать ее вверх и вниз вдоль сосуда для дистилляции во время испытания продуктов, склонных к пенообразованию или застыванию;

- мешалку магнитную любого типа;

- секундомер;

- весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

Можно использовать любую аппаратуру для испытаний, обеспечивающую получение достоверных результатов.

6 Проверка аппаратуры

6.1 Проверка аппаратуры — по ГОСТ ISO 3733.

7 Отбор проб и подготовка к испытанию

7.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873. Используют только объединенные пробы.

7.2 Подготовка пробы

7.2.1 Пробу испытуемого жидкого нефтепродукта тщательно перемешивают в течение 5 мин, встряхивая контейнер, заполненный не более чем на 3/4 его вместимости. Вязкие и парафинистые нефтепродукты предварительно нагревают до температуры 40 °С — 50 °С.

7.2.2 Твердые и хрупкие образцы для объединенной пробы (парафин, церезин, восковые составы и битумы) измельчают и тщательно перемешивают. Пробу для испытания отбирают от измельченных и перемешанных образцов, взятых из разных мест контейнера.

7.2.3 Удаляют шпателем с поверхности пробы испытуемой смазки верхний слой высотой не менее 10 мм. Затем не менее чем в трех точках ближе к центру контейнера отбирают пробы примерно равной массы. Объединяют пробы в фарфоровую чашку и тщательно перемешивают.

7.3 Количество отбираемого образца для испытания зависит от предполагаемого содержания воды так, чтобы объем воды не превышал вместимость ловушки (если не используют ловушку с краном, избыток воды можно слить в мерный цилиндр). При использовании приемника-ловушки со шкалой 10 см³ количество испытуемой пробы (в зависимости от содержания воды) уменьшают таким образом, чтобы объем воды в приемнике-ловушке не превышал 10 см³.

7.4 При сомнениях в однородности перемешанных образцов испытывают пробу, отобранную непосредственно из общего объема образца. Если это невозможно, выполняют не менее трех определений. В протокол испытаний включают все полученные результаты испытаний; за содержание воды в образце принимают среднеарифметическое значение.

7.5 Подготовка оборудования

Для удаления поверхностных пленок и остатков, затрудняющих свободное стекание воды в испытательном аппарате и оказывающих влияние на точность настоящего метода, дистилляционный сосуд, приемник-ловушку и внутреннюю трубку холодильника не менее одного раза в день промывают последовательно бензином или нефрасом, ацетоном, водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат. При загрязнении стеклянные детали прибора промывают хромовой смесью, водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат. Если природа испытуемых образцов приводит к устойчивому загрязнению, рекомендуется более частая очистка.

8 Проведение испытания

8.1 Помещают в дистилляционный сосуд (100 ± 1) см³ или (100 ± 1) г образца нефтепродукта.

При испытании нефти массу или объем образца выбирают по ГОСТ ISO 3733, исходя из ожидаемого содержания воды в образце.

При испытании нефти проводят холостой опыт, поместив 400 см³ растворителя в дистилляционный сосуд, и испытание — в соответствии с настоящим разделом. Результат холостого опыта определяют с точностью 0,025 см³ и используют для вычисления объема воды в ловушке по разделу 9.

8.2 Пробу жидких продуктов измеряют мерным цилиндром. Затем тщательно смывают продукт со стенок цилиндра одной порцией растворителя 50 см³ (выбранного по таблице 1) и двумя порциями растворителя по 25 см³. Твердые или вязкие продукты взвешивают непосредственно в дистилляционном сосуде.

Т а б л и ц а 1 — Растворитель для нефтепродукта

Растворитель (см. раздел 4)	Испытуемый нефтепродукт
Толуол или ксилол	Битумы, битуминозные нефти, асфальты, гудроны, тяжелые остаточные котельные топлива
Нефтяные дистилляты с пределами кипения от 100 °С до 200 °С или от 100 °С до 140 °С; толуол или ксилол	Нефть, нефтяные сульфонаты, жидкие битумы, мазуты, смазочные масла, нефтяное топливо и другие нефтепродукты
Нефтяные дистилляты с пределами кипения от 100 °С до 140 °С, или изооктаны, или нефрас	Пластичные смазки

8.3 Цилиндром отмеряют в дистилляционный сосуд 100 см³ растворителя (см. таблицу 1). Для образцов нефтепродуктов больших объемов с низким содержанием воды может потребоваться более 100 см³ растворителя. Масса продукта в граммах при этом будет равна произведению его объема на плотность, г/см³.

При испытании нефти в колбу добавляют растворитель (например, ксилол) до получения общего объема смеси 400 см³.

8.4 Тщательно перемешивают смесь до полного растворения испытуемого продукта. Для равномерного кипения во время испытания в дистилляционный сосуд опускают несколько кусочков неглазурованного фаянса, или фарфора, или несколько капилляров, или 1—2 г олеина, или несколько капель силиконовой жидкости, можно также использовать магнитную мешалку.

8.5 Собирают аппарат, обеспечивая герметичность всех соединений. Вместимость дистилляционного сосуда и приемника-ловушки выбирают в зависимости от предполагаемого содержания воды в испытуемом продукте.

При использовании для перегонки металлического сосуда со съемной крышкой, между сосудом и крышкой вставляют прокладку из плотной бумаги, смоченной растворителем.

Трубка холодильника и ловушка должны быть химически чистыми для обеспечения свободного слива воды на дно ловушки. Верхний конец холодильника закрывают неплотным ватным тампоном или трубкой с индикаторным осушителем для предотвращения конденсации атмосферной влаги внутри трубки холодильника. Включают приток холодной воды в кожух холодильника.

П р и м е ч а н и е — Для аппарата без шлифов для соединения используют корковые пробки. При этом скошенный конец отводной трубки приемника-ловушки должен опускаться в колбу на 1—20 мм, а нижний край косо срезанного конца трубки холодильника должен находиться напротив середины отводной трубки. Для исключения утечки паров корковые пробки заливают коллодием.

8.6 Металлический дистилляционный сосуд нагревают горелкой, установленной на расстоянии примерно 75 мм до дна дистилляционного сосуда. Горелку постепенно поднимают и следят за скоростью дистилляции, которая не должна превышать 5 капель в секунду.

8.6.1 При испытании нефтепродуктов содержимое колбы доводят до кипения и затем нагревают так, чтобы скорость конденсации дистиллята в приемник была 2—5 капель в секунду.

Если при дистилляции происходит неустойчивое каплеобразование, увеличивают скорость дистилляции или останавливают на несколько минут приток охлаждающей воды в холодильник.

Перегонку нефтепродукта завершают после прекращения увеличения объема воды в приемнике-ловушке и получения абсолютно прозрачного верхнего слоя растворителя. Время перегонки должно быть не менее 30 мин и не более 60 мин.

8.6.2 В зависимости от типа испытуемой сырой нефти характеристики кипения смеси сырая нефть — растворитель могут значительно меняться. Поэтому на начальных стадиях перегонки (приблизительно от 30 мин до 1 ч) образец нагревают медленно для исключения пульсирующего кипения и возможной потери воды из системы. Для облегчения промывки холодильника конденсат следует удерживать как можно ближе к выходному отверстию холодильника. После начального нагревания регулируют скорость кипения так, чтобы конденсат поднимался не более чем на 3/4 высоты внутренней трубки холодильника. Дистиллят должен поступать в ловушку со скоростью приблизительно 2—5 капель в секунду. Перегонку продолжают до тех пор, пока ни в одной части аппарата, за исключением ловушки, не будет видно воды, и объем воды в ловушке будет постоянным не менее 5 мин.

8.7 Если в конце перегонки нефтепродукта в трубке холодильника задерживаются капли воды, их смывают растворителем, повышая на короткое время интенсивность кипения.

При испытании нефти оставшиеся на стенках трубки холодильника капельки воды сталкивают в приемник-ловушку стеклянной палочкой или металлической проволокой. При устойчивом скоплении капель воды во внутренней трубке холодильника его промывают выбранным растворителем. Добавление в растворитель для промывки растворимого в масле деэмульгатора концентрацией 1000 ppm помогает удалить удерживающиеся капли воды. После промывки проводят повторную перегонку в течение не менее 5 мин (при этом нагревание выключают не менее чем за 15 мин до промывки, чтобы предотвратить пульсирующее кипение). После промывки проводят медленное нагревание. Повторяют эту процедуру до тех пор, пока вода в холодильнике не будет визуальнo обнаруживаться и объем воды в ловушке будет оставаться постоянным в течение не менее 5 мин. Если эта процедура не позволяет удалить воду, используют тefлоновый фторуглеродный скребок, остроконечную палочку или другое аналогичное приспособление для перемещения воды в ловушку.

8.8 После охлаждения колбы, растворителя и воды в приемнике-ловушке до температуры окружающей среды разбирают аппарат и перемещают стеклянной палочкой или проволокой капельки воды со стенок приемника-ловушки.

Если в приемнике-ловушке со шкалой 25 см³ содержится более 25 см³ воды, излишки сливают в градуированную пробирку или мерный цилиндр.

Если в приемнике-ловушке накопился небольшой объем воды (до 0,3 см³) и при этом растворитель мутный, помещают приемник-ловушку на 20—30 мин в горячую воду для осветления растворителя и снова охлаждают до температуры окружающей среды.

Записывают объем воды в приемнике-ловушке с точностью до одного верхнего деления занимаемого водой объема приемника-ловушки.

При использовании ловушки с ценой деления 0,05 см³ для испытания нефти объем воды определяют с точностью до 0,025 см³.

8.9 Если используют новую партию растворителя, ее проверяют на наличие воды. Для этого выполняют холостой опыт, поместив в дистилляционный сосуд объем растворителя, используемый во время фактических испытаний, и проводят определение по 8.3—8.7.

9 Обработка результатов

9.1 Массовую X_1 или объемную X_2 долю воды в нефтепродуктах, %, вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{V_0}{m} 100 \quad (1)$$

или

$$X_2 = \frac{V_0}{V} 100, \quad (2)$$

где V_0 — объем воды в приемнике-ловушке, см³;

m — масса образца, г;

V — объем образца, см³.

9.2 Массовую X_3 или объемную X_4 долю воды в нефти, %, вычисляют по формулам:

$$X_3 = \frac{A-B}{M} 100, \quad (3)$$

$$X_4 = \frac{A-B}{C} 100 \quad (4)$$

или

$$X_4 = \frac{A-B}{(M/D)} 100, \quad (5)$$

где A — объем воды в ловушке, см³;

B — объем растворителя для холостого опыта, см³;

C — объем испытуемого образца, см³;

M — масса испытуемого образца, г;

D — плотность образца, г/см³.

Примечание — Если присутствуют летучие водорастворимые вещества, они определяются как вода.

Для упрощения вычисления плотность воды при температуре окружающей среды принимают за 1 г/см^3 , а численное значение объема воды в кубических сантиметрах — за численное значение массы воды в граммах; при массе нефтепродукта ($100,0 \pm 0,1$) г за массовую долю воды принимают объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, в кубических сантиметрах.

9.3 За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух определений.

Результат испытаний округляют с точностью до 0,05 % при использовании ловушки вместимостью 2 или 5 см^3 и с точностью до 0,1 % — при использовании ловушки вместимостью 10 или 25 см^3 .

9.4 Объем воды в приемнике-ловушке 0,03 см^3 и менее считают следами.

За отсутствие воды в испытуемом продукте принимают отсутствие капель воды в нижней части приемника-ловушки.

При разногласиях в оценке качества продукции наличие воды проверяется нагреванием до потрескивания. Для этого испытуемый продукт (кроме дизельного топлива) нагревают в пробирке, помещенной на масляную баню, до температуры 150 °С. За отсутствие воды принимают отсутствие потрескивания.

9.5 При испытании дизельных топлив 10 см^3 испытуемого продукта при температуре окружающей среды помещают в сухую пробирку вместимостью 25 см^3 и осторожно нагревают на спиртовой горелке. За отсутствие воды принимают отсутствие потрескивания. При однократном потрескивании испытание повторяют. При повторном испытании дизельного топлива даже однократное потрескивание свидетельствует о наличии следов воды.

10 Прецизионность

10.1 Для нефтепродуктов прецизионность метода определяли с использованием приемников-ловушек вместимостью 10 и 25 см^3 . Прецизионность метода с использованием ловушек вместимостью 2 и 5 см^3 не установлена.

10.1.1 Повторяемость r

Расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытательном материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, не должно превышать следующее значение:

- 0,1 см^3 — при объеме воды, менее или равном 1,0 см^3 ;
- 0,1 см^3 или 2 % среднего значения объема (в зависимости от того, какое значение больше) — при объеме воды более 1,0 см^3 .

10.1.2 Воспроизводимость R

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытательном материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, не должно превышать следующую величину:

- 0,2 см^3 — при объеме воды, менее или равном 1,0 см^3 ;
- 0,2 см^3 или 10 % среднего значения объема (в зависимости от того, какое значение больше) — при объеме воды более 1,0 см^3 до 10 см^3 ;
- 5 % значения среднего результата — при объеме воды более 10 см^3 .

10.2 Прецизионность метода при испытании нефти получена статистической обработкой результатов межлабораторных испытаний с содержанием воды в пределах от 0,01 % до 1,0 % с использованием ловушки вместимостью 5 см^3 .

10.2.1 Повторяемость r

Расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытательном материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение от 0,0 % до 0,1 % воды только в одном случае из двадцати (см. рисунок 1).

При содержании воды более 0,1 % — повторяемость равна 0,08.

10.2.2 Воспроизводимость R

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытательном материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение от 0,0 % до 0,1 % воды только в одном случае из двадцати (см. рисунок 1).

При содержании воды более 0,1 % — воспроизводимость равна 0,11.

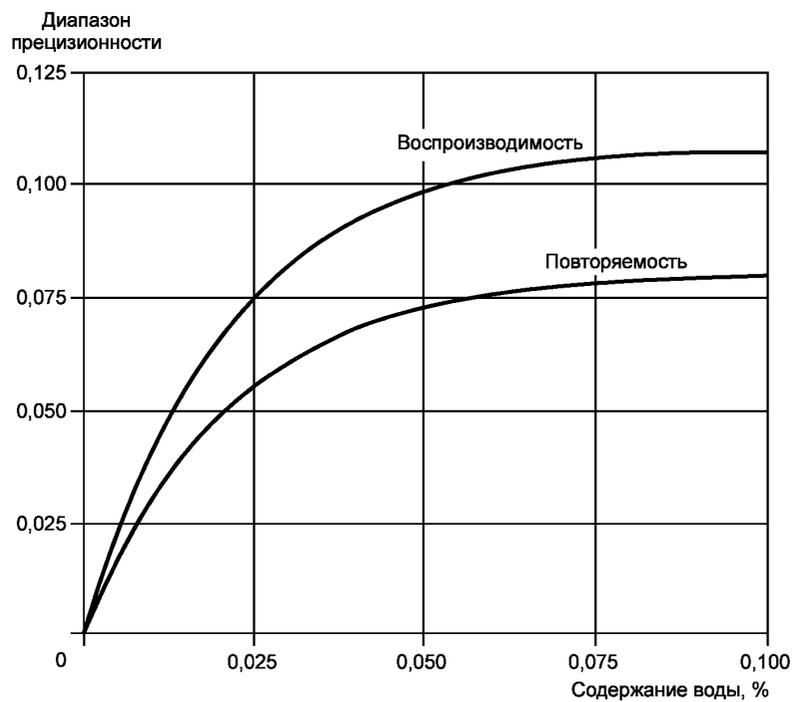


Рисунок 1 — Прецизионность метода определения воды в нефти

Редактор *Р.С. Хартюнова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.М. Малахова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 31.07.2015. Подписано в печать 06.08.2015. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 49 экз. Зак. 2658.

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