ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.1007— 2022

Государственная система обеспечения единства измерений

ОБЪЕМНАЯ И МАССОВАЯ ДОЛЯ ВОДЫ В НЕФТЕГАЗОВОДЯНОЙ СМЕСИ

Комбинированный метод измерений

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом расходометрии — филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ВНИИР — филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») и Публичным акционерным обществом «Газпром нефть» (ПАО «Газпром нефть»)

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 мая 2022 г. № 351-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Средства измерений, аппаратура, материалы и реактивы 2
5 Метод измерений массовой и объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси 3
6 Лабораторные методы измерений количественного определения объемной и массовой доли воды в нефти 4
7 Требования к погрешности измерений массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси 4
8 Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
9 Требования к квалификации лаборантов 5
10 Требования к условиям измерений 5
11 Требования к отбору проб 6
12 Требования к подготовке измерений 6
13 Требования к выполнению измерений 7
14 Требования к обработке результатов измерений 8
15 Прецизионность 9
16 Контроль точности результатов измерений 10
Приложение А (рекомендуемое) Порядок подготовки эталонных проб водонефтяной эмульсии 12
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ОБЪЕМНАЯ И МАССОВАЯ ДОЛЯ ВОДЫ В НЕФТЕГАЗОВОДЯНОЙ СМЕСИ

Комбинированный метод измерений

State system for ensuring the uniformity of measurements. Mass fraction of water in oil-gas-water mixture. The combined method of measurements

Дата введения — 2022—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод измерений объемной и массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси комбинированным методом, реализуемым посредством лабораторных методов количественного определения объемной и массовой доли воды в дегазированной нефти.

Настоящий стандарт применим для нефтегазоводяной смеси с объемной (массовой) долей воды от 10 до 98 %.

Методика измерений, изложенная в настоящем стандарте, аттестована и зарегистрирована в едином реестре методик измерений Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений.

Примечание — Применение комбинированного метода для нефтегазоводяной смеси с объемной (массовой) долей воды менее 10 % нецелесообразно и не рассматривается в рамках описанного метода. Лабораторные методы количественного определения объемной и массовой доли воды в нефти, описанные в разделе 6, применимы для определения объемной (массовой) долей воды без предварительного термохимического отстоя с разделением на фазы «нефть — вода», предусмотренного комбинированным методом.

Настоящий стандарт применим в случае нестойких водонефтяных эмульсий, когда подобранный деэмульгатор для нефтегазоводяной смеси конкретного физико-химического состава позволяет после термостатирования и отстоя пробы получить остаток нефти для дальнейших измерений с содержанием воды во взвешенном состоянии не более 10 % объемной доли воды.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 427 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2477 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2768 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 3900 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

Издание официальное

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8505 Нефрас-С 50/170. Технические условия

ГОСТ 14710 Толуол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 18995.1 (СТ СЭВ 1504—79) Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26377 Растворители нефтяные. Обозначение

ГОСТ Р 8.880 Государственная система обеспечения единства измерений. Нефть сырая. Отбор проб из трубопровода

ГОСТ Р 54284 Нефти сырые. Определение воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

Примечание — 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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **водонефтяная эмульсия:** Смесь двух взаимно нерастворимых жидкостей (воды и нефти), в которой одна из жидкостей диспергирована в другую.

3.2 **дегазированная нефть (нефть):** Нефть, содержащая воду во взвешенном и/или в свободном состоянии, освобожденная от растворенного и свободного газа при атмосферном давлении.

3.3 **деэмульгаторы:** Поверхностно-активные вещества, способные вытеснить с поверхности глобул воды, диспергированной в нефти, бронирующую оболочку, состоящую из полярных (входящих в ее состав) компонентов, а также частиц парафина и механических примесей.

3.4 **нефтегазоводяная смесь (скважинная жидкость):** Смесь, извлеченная из недр, содержащая углеводороды широкого физико-химического состава, попутный нефтяной газ, воду, минеральные соли, механические примеси и другие химические соединения.

3.5 **представительная проба нефтегазоводяной смеси:** Объединенная проба нефтегазоводяной смеси, извлеченная из потока нефтегазоводяной смеси, движущейся в трубопроводе, и содержащая компоненты нефтегазоводяной смеси в той же самой пропорции, в которой они присутствуют в общем объеме нефтегазоводяной смеси, перекачанной через трубопровод за установленное время.

3.6 **проба для измерений:** Часть отобранной представительной пробы, взятая для проведения измерений объемной и массовой доли воды в нефти, содержащая компоненты в тех же пропорциях, в которой они присутствуют в общем объеме представительной пробы.

3.7 **нестойкая водонефтяная эмульсия:** Водонефтяная эмульсия, которая в течение определенного промежутка времени успешно разрушается, расслаивается и разделяется на нефть и воду. Характеризуется выраженной границей фаз «нефть — вода».

3.8 **стойкая водонефтяная эмульсия:** Водонефтяная эмульсия, которая в течение определенного промежутка времени не разрушается и не разделяется на нефть и воду.

3.9 **цилиндрическая часть бутылки:** Часть стеклянной бутылки, представляющая собой цилиндрическое тело, нижним основанием которого является плоское дно бутылки, а образующими стенки бутылки.

4 Средства измерений, аппаратура, материалы и реактивы

4.1 При выполнении измерений массовой и объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- баня водяная или термостат (далее — водяная баня) с высотой слоя воды не менее 18 см и температурой нагрева от плюс 40 °С до плюс 80 °С, обеспечивающие точность поддержания температуры ±1 °С;
- цилиндры номинальной вместимостью 500, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770 (далее — мерные цилиндры);
- секундомер с верхним пределом измерений не менее 2 ч с пределами допускаемой абсолютной погрешности измерения интервалов времени ±3,0 с;
- линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427 с пределом измерений 300 мм с отклонением от номинальных значений длины шкалы и расстояний между любым штрихом, и началом или концом шкалы для линеек с пределами измерений до 300 мм ±0,1 мм;
- деэмульгатор, подобранный для нефти конкретного месторождения (способный разрушить эмульсию нефти с водой), 2 % раствор (водный или с использованием органического растворителя (толуола по ГОСТ 5789 или толуола нефтяного по ГОСТ 14710, или ацетона технического по ГОСТ 2768 или ГОСТ 2603) в зависимости от преимущественной растворимости деэмульгатора);
- бутылки стеклянные прозрачные с пробками номинальной вместимостью 500—2000 $см^3$;
- делительные воронки номинальной вместимостью 1000, 2000 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- лабораторный плотномер с пределами абсолютной погрешности ±1,0 $кг/м^3$;
- весы лабораторные с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 г;
- ацетон технический по ГОСТ 2603 или по ГОСТ 2768;
- толуол по ГОСТ 5789 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710;
- нефрас по ГОСТ 8505 или нефрас С2-80/120 по ГОСТ 26377;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
- хромовая смесь, приготовленная по ГОСТ 4517;
- стеклянные палочки по ГОСТ 25336;
- стаканы стеклянные вместимостью 250, 400 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- средства измерений, технические средства, реактивы и материалы, применяемые для измерения плотности нефти по ГОСТ 3900 либо по [1] и измерения плотности воды по ГОСТ 18995.1;
- смеситель для гомогенизации проб (перемешивающее устройство);
- лабораторный влагомер с диапазоном измерений объемной доли воды от 0,01 % до 10,00 % и пределами допускаемой основной абсолютной погрешности объемной доли воды ±0,2 %.

4.1.1 По методу дистилляции:

- средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы в соответствии с требованиями ГОСТ 2477;

4.1.2 По методу центрифугирования:

- средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы в соответствии с требованиями [2];

4.1.3 По кулонометрическому методу титрования Карла Фишера:

- средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 54284;

4.1.4 По волюмометрическому методу титрования Карла Фишера:

- средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы в соответствии с требованиями [3].

4.2 Допускается применять другие средства измерений, вспомогательные устройства и материалы, имеющие аналогичные или лучшие характеристики и обеспечивающие выполнение измерений с установленными в настоящем стандарте требованиями.

4.3 Средства измерений, предназначенные для применения в сферах государственного регулирования в области обеспечения единства измерений, должны проходить в установленном законодательством порядке процедуру испытаний в целях утверждения типа, а также процедуру поверки.

5 Метод измерений массовой и объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси

Сущность метода заключается в отстаивании подогретой пробы нефтегазоводяной смеси с добавлением деэмульгатора до образования границы раздела фаз «нефть — вода» с последующим измерением соотношения объемов воды и нефти, отделением воды от нефти и определением объемной или массовой доли остаточной воды, содержащейся во взвешенном состоянии в отделившейся нефти. Объемную или массовую долю воды в отделившейся нефти определяют в лаборатории по методам, указанным в разделе 6.

6 Лабораторные методы измерений количественного определения объемной и массовой доли воды в нефти

Выбор метода измерений объемной или массовой доли остаточной воды в нефти осуществляется в зависимости от оснащения испытательной лаборатории, а также от объема отделившейся нефти, остающегося после разделения фаз.

6.1 Метод дистилляции

Метод дистилляции применим для нефти с объемной долей воды от 0,03 % включительно.

Сущность метода заключается в определении объемной или массовой доли воды в нефти методом дистилляции по ГОСТ 2477.

6.2 Метод центрифугирования

Метод центрифугирования применим для нефти с объемной долей воды от 0,05 % до 3 % включительно.

Сущность метода заключается в определении объемной доли воды в нефти методом центрифугирования по [2].

Метод применяется при отсутствии (визуальном) осадка.

6.3 Метод титрования Карла Фишера. Кулонометрический и волюмометрический методы титрования

Кулонометрический метод титрования Карла Фишера по ГОСТ Р 54284 применим для нефти с объемной или массовой долей воды от 0,02 % до 5 %, волюмометрический метод титрования Карла Фишера по [3] применим для нефти с объемной или массовой долей воды от 0,01 % до 10 % включительно.

Сущность метода определения объемной или массовой доли воды в нефти состоит в титровании пробы нефти титрантом, представляющим собой раствор йода и двуокиси серы в присутствии основания и спирта (в присутствии воды происходит окисление йода до йодида). В волюметрическом методе определения йодсодержащий титрант постепенно добавляется в пробу нефти, а в кулонометрическом методе по ГОСТ Р 54284 йод электролитически генерируется в растворе. После вступления в химическую реакцию с йодом всей воды, содержащейся в пробе нефти, титрование прекращается. Количество воды в пробе нефти в волюметрическом методе определяется по объему йодсодержащего реактива, необходимого для завершения химической реакции, а в кулонометрическом методе определяется по количеству тока потребленного для генерации йода в количестве, необходимом для завершения химической реакции.

6.4 Метод измерений лабораторным влагомером

Метод применим для нефти с объемной долей воды от 0,01 % до 10 %.

Сущность метода заключается в определении объемной доли воды в нефти лабораторным влагомером. Массовую долю нефти при этом вычисляют по значениям плотности воды и нефти.

7 Требования к погрешности измерений массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси

Доверительные границы абсолютной погрешности измерений массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси с доверительной вероятностью 0,95 не должны превышать:

- $(0{,}04 \cdot W_{МВ} + 1{,}0)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений от 10,0 % до 40,0 %;
- $(-0{,}035 \cdot W_{МВ} + 4{,}0)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений свыше 40,0 % до 60,0 %;
- $(-0{,}02 \cdot W_{МВ} + 3{,}1)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений свыше 60,0 % до 90,0 %;
- $(0{,}304 \cdot W_{МВ} - 26{,}06)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений свыше 90,0 % до 98,0 %,

где $W_{МВ}$ — значение массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси, %.

Доверительные границы абсолютной погрешности измерений объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси с доверительной вероятностью 0,95 не должны превышать:

- $(0{,}038 \cdot W_{ОВ} + 1{,}167)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений от 10,0 % до 45,0 %;
- $(-0{,}040 \cdot W_{ОВ} + 4{,}623)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений свыше 45,0 % до 65,0 %;
- $(-0{,}026 \cdot W_{ОВ} + 3{,}668)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений свыше 65,0 % до 91,0 %;
- $(0{,}683 \cdot W_{ОВ} - 60{,}85)$ % — при проведении измерений в диапазоне измерений свыше 91,0 % до 98,0 %,

где $W_{ОВ}$ — значение объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси, %.

8 Требования безопасности, охраны окружающей среды

8.1 Помещение лаборатории, в которой проводят измерения объемной и массовой доли воды в нефти, должно соответствовать требованиям промышленной безопасности, охраны труда, взрывобезопасности, пожарной безопасности и санитарно-гигиенических правил, определяемые действующими на предприятии техническими и нормативными документами, соответствующими действующим на территории РФ законодательным актам и иным нормативным правовым документам.

8.2 Помещение лаборатории содержат в чистоте, без следов нефти и оборудуют первичными средствами пожаротушения. Не допускают выбросов и выделений нефти в окружающую среду.

8.3 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать уровня предельно допустимых концентраций (ПДК), установленных в ГОСТ 12.1.005. Помещение для проведения измерений объемной и массовой доли воды в нефти должно быть оборудовано устройствами приточно-вытяжной вентиляции и вытяжными шкафами. Лица, выполняющие измерения, должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты.

8.4 Особые условия по требованиям безопасности при эксплуатации конкретных видов используемого оборудования соблюдают в соответствии с требованиями эксплуатационных документов на это оборудование.

8.5 При подготовке к измерениям и проведении измерений персонал лаборатории либо электротехнический персонал при эксплуатации электроустановок лаборатории должен осуществлять контроль требований электробезопасности:

- наличие средств индивидуальной защиты;
- исправность защитного заземления электроустановок;
- контроль изоляции проводов электропитания электроустановок;
- отсутствие повреждений защитных оболочек, изоляции токоведущих и нетоковедущих частей электроустановок;
- исправность систем защитного отключения электроустановок, предупредительной сигнализации и блокировки.

9 Требования к квалификации лаборантов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, достигших 18 лет, прошедших обучение и получивших квалификацию лаборанта, прошедших курс обучения по охране труда и пожарной безопасности и сдавших экзамен, прошедших инструктаж по технике безопасности, прошедших медицинский осмотр, изучивших эксплуатационные документы на применяемые средства измерений и вспомогательные устройства, изучивших настоящий стандарт, имеющих допуск к самостоятельной работе.

10 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

10.1 Параметры окружающего воздуха в помещении лаборатории, в котором проводятся измерения объемной и массовой доли воды в нефти:

- температура окружающего воздуха — (20 ± 5) °С;

- атмосферное давление — от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха — не выше 80 %.

10.2 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны при проведении измерений не должно превышать предельно допускаемых концентраций, установленных ГОСТ 12.1.005 для нефти 3 класса опасности в 10 мг/м^3.

10.3 Вся лабораторная посуда должна быть чистой и сухой.

11 Требования к отбору проб

11.1 Пробосборник для отбора проб промывают нефрасом или ацетоном для удаления остатков нефти (нефтепродуктов), в случае сильных загрязнений допускается использование толуола. После этого тщательно промывают водопроводной водой, используя моющее средство, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

11.2 Для получения представительной пробы нефтегазоводяной смеси, отбор пробы проводят из трубопровода в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.880 или ГОСТ 2517. Пробоотборник (пробосборник), применяемый для отбора пробы из трубопровода, должен быть достаточных размеров (с учетом заполнения не более чем на 90 % вместимости), а объем пробы — достаточным для перемешивания пробы и проведения измерений.

12 Требования к подготовке измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

12.1 Отобранную представительную пробу в пробоотборнике (в пробосборнике) переносят в лабораторию.

12.2 Подготавливают необходимое количество чистой сухой лабораторной посуды, подготавливают средства измерений, вспомогательные устройства:

12.2.1 Делительные воронки, стеклянные бутылки и лабораторные стаканы промывают последовательно нефрасом, ацетоном, водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат (при загрязнении посуды используют хромовую смесь или толуол).

12.2.2 Подготавливают водяную баню или термостат в соответствии с руководством по эксплуатации.

12.2.3 Подготавливают средства измерений, технические средства, реактивы и материалы, применяемые для измерений плотности нефти по ГОСТ 3900 либо по [1], плотности воды по ГОСТ 18995.1.

12.2.4 Проверяют краны делительных воронок на герметичность.

12.3 Подготавливают средства измерений, технические средства, применяемые по методу дистилляции по ГОСТ 2477, либо по методу титрования Карла Фишера по ГОСТ Р 54284 или [3], либо по методу центрифугирования [2], либо лабораторным влагомером.

12.4 Измеряют температуру окружающего воздуха, относительную влажность и атмосферное давление в помещении лаборатории, в котором проводятся измерения объемной и массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси. Температура окружающего воздуха, относительная влажность и атмосферное давление должны соответствовать условиям выполнения измерений, указанным в 10.1, в противном случае проведение измерений не допускается.

12.5 Перемешивают весь объем отобранной пробы в течение 15—20 мин непосредственно перед отбором пробы для измерений, чтобы обеспечить полную однородность.

Примечание — Время и скорость перемешивания зависят от типа перемешивающего устройства, от типа нефти и количества отобранной пробы. Время перемешивания может быть изменено в зависимости от степени однородности пробы (до состояния, при котором свободная вода однородно распределена в объеме пробы).

12.6 Из общего объема перемешанной представительной пробы отбирают пробу для измерений в количестве, необходимом и достаточном для проведения измерения объемной и массовой доли воды в нефти. Отбирают пробу в две стеклянные прозрачные бутылки (заполнение строго в цилиндрической части бутылки). Процедуру отбора пробы для измерений проводят оперативно, за минимальное время, сразу же после окончания перемешивания.

Примечание — При отборе пробы в стеклянные бутылки измерения проводят непосредственно с использованием указанных пробосборников.

12.7 В стеклянную бутылку вносят несколько капель деэмульгатора, закрывают пробкой, перемешивают встряхиванием, помещают в водяную баню и выдерживают при температуре до 70 °С не менее 1 ч для отстаивания до образования границы раздела «отделившаяся нефть — отделенная вода», периодически открывая пробку для выхода газа.

Примечания

1 Уровень пробы в стеклянной бутылке, погруженной в водяную баню, должен быть не менее чем на 20 мм ниже уровня термостатирующей жидкости водяной бани.

2 Если температура начала кипения нефти ниже 60 °С, то пробу выдерживают в бане при температуре ниже температуры начала кипения нефти на 2 °С — 3 °С, время выдержки увеличивают до 2 ч.

12.8 После отстаивания пробы вынимают бутылку из водяной бани и дают остыть до комнатной температуры в течение 1—2 ч.

12.9 Если по какой-то причине заполнение бутылки было проведено выше цилиндрической части бутылки или произошло размазывание пробы по стенкам бутылки выше уровня пробы в бутылке, мешающее проведению измерений по 13.1, тогда после отстаивания пробы по 12.8 вынимают бутылку из водяной бани и по отдельности переливают ее содержимое в мерные цилиндры, где отстаивают в течение 1—2 ч до видимого разделения на отделившуюся нефть и отделенную воду.

12.10 Если граница раздела фаз «нефть — вода» не позволяет однозначно определить уровень отделенной воды в бутылке (отсутствие выраженной границы раздела фаз «нефть — вода»), то содержимое бутылки переливают в мерные цилиндры, используя делительную воронку.

12.10.1 Переливают содержимое бутылки в делительную воронку, где отстаивают до видимого разделения на отделившуюся нефть и отделенную воду.

12.10.2 Отстоявшиеся в делительной воронке воду и нефть поочередно сливают отдельно в два мерных цилиндра, не допуская попадания нефти в отделяемую воду.

12.11 Допускается отбирать пробу для измерений из общего объема представительной пробы после 12.5 в мерные цилиндры.

13 Требования к выполнению измерений

При выполнении измерений массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси выполняют следующие операции:

13.1 Измеряют с помощью линейки с точностью до миллиметра высоту столба воды ($H_в$) в бутылке (от основания цилиндрической части бутылки до границы раздела фаз «нефть — вода») и общую высоту столба пробы в бутылке ($H_п$) (от основания цилиндрической части бутылки до верхнего мениска жидкости).

Примечание — При проведении измерений с использованием мерного цилиндра — измеряют объем свободной воды ($V_в$) и общий объем пробы ($V_п$) или объем отделенной нефти ($V_н$) в мерном цилиндре с точностью до одного верхнего деления шкалы мерного цилиндра.

13.2 Помещают в бутылку (мерный цилиндр) трубку подачи образца лабораторного плотномера в слой отделившейся нефти, и с помощью системы автоматической подачи (смены) проб производят заполнение измерительной ячейки лабораторного плотномера отделившейся нефтью.

Примечание — При невозможности заполнения измерительной ячейки лабораторного плотномера пробой с помощью системы автоматической подачи (смены) проб заполнение производят с помощью шприца. При необходимости на шприц надевают силиконовую трубку необходимой длины.

Визуально убеждаются в отсутствии воздушных пузырьков в пробе нефти, находящейся в измерительной ячейке.

Примечание — При наличии в измерительной ячейке воздушных пузырьков пробу в измерительной ячейке обновляют (прокачивают), добиваясь отсутствия воздушных пузырьков.

13.3 Выполняют измерение плотности нефти.

13.4 По окончании измерений считывают с дисплея лабораторного плотномера плотность отделившейся нефти.

13.5 Измерительную ячейку плотномера и вспомогательные устройства, применяемые для измерения плотности, промывают и сушат.

13.6 Помещают трубку подачи образца лабораторного плотномера в слой отделившейся воды в бутылке (мерном цилиндре) и с помощью системы автоматической подачи (смены) проб производят заполнение измерительной ячейки лабораторного плотномера отделившейся водой.

Примечание — При невозможности заполнения измерительной ячейки лабораторного плотномера пробой с помощью системы автоматической подачи (смены) проб заполнение производят с помощью шприца. При необходимости на шприц надевают силиконовую трубку необходимой длины.

Визуально убеждаются в отсутствии воздушных пузырьков в пробе воды, находящейся в измерительной ячейке.

Примечание — При наличии в измерительной ячейке воздушных пузырьков пробу в измерительной ячейке обновляют (прокачивают), добиваясь отсутствия воздушных пузырьков.

13.7 Выполняют измерение плотности воды.

13.8 По окончании измерений считывают с дисплея лабораторного плотномера плотность отделившейся воды.

13.9 При невозможности проведения измерений по 13.2—13.8 плотность отделенной воды и отделившейся нефти определяют после их разделения с использованием делительной воронки и цилиндров.

Измерение плотности отделившейся нефти проводят по ГОСТ 3900 либо по [1].

Измерение плотности отделенной воды проводят по ГОСТ 18995.1.

13.10 Переливают содержимое бутылки (цилиндра) в делительную воронку, где отстаивают до видимого разделения на отделившуюся нефть и отделенную воду.

13.11 Отстоявшиеся в делительной воронке воду и нефть поочередно сливают отдельно в два цилиндра, не допуская смешения.

13.12 Отделившуюся нефть тщательно перемешивают в цилиндре стеклянной палочкой, определяют объем отделившейся нефти и отбирают пробу для определения объемной или массовой доли остаточной воды в нефти по методам, указанным в разделе 6.

13.13 Проводят определение остаточного объемной или массовой доли остаточной воды, содержащейся во взвешенном состоянии в отделившейся нефти, по методу дистилляции в соответствии с 6.1, или методом центрифугирования в соответствии с 6.2, или по методу титрования Карла Фишера в соответствии с 6.3, или лабораторным влагомером в соответствии с 6.4.

14 Требования к обработке результатов измерений

14.1 Рассчитывают объемную долю воды в пробе нефтегазоводяной смеси, $W_{ОВ}$, %, по формуле

$$W_{ОВ} = \left(\frac{H_в + H_н \cdot \frac{W_о}{100}}{H_п} \right) \cdot 100, \quad (1)$$

где $H_в$ — высота столба отделенной воды в бутылке, мм;

$H_н$ — высота столба отделившейся нефти в бутылке, мм, определяемая по формуле

$$H_н = H_п - H_в; \quad (2)$$

$H_н$ — общая высота столба жидкости, мм;

$W_о$ — объемная доля воды, содержащейся во взвешенном состоянии в отделившейся нефти, измеряемая методами, указанными в разделе 6, %.

14.2 При проведении измерений с использованием мерного цилиндра объемную долю воды, $W_{ОВ}$, %, рассчитывают по формуле

$$W_{ОВ} = \left(\frac{V_в + V_н \cdot \frac{W_о}{100}}{V_п} \right) \cdot 100, \quad (3)$$

где $V_в$ — объем воды в мерном цилиндре, см^3;

$V_н$ — объем нефти в мерном цилиндре, см^3;

$V_п$ — объем пробы в мерном цилиндре, см^3.

14.3 Массовую долю воды в пробе нефтегазоводяной смеси, $W_{МВ}$, %, при определении объемной или массовой доли остаточной воды, содержащейся во взвешенном состоянии в отделившейся нефти, по методу дистилляции или по методу титрования Карла Фишера или лабораторным влагомером рассчитывают по формуле

$$W_{МВ} = \frac{\rho_в \cdot H_в + \rho_н \cdot H_н \cdot \frac{W_{ом}}{100}}{\rho_в \cdot H_в + \rho_н \cdot H_н} \cdot 100, \quad (4)$$

где $\rho_в$ — плотность воды, кг/м^3;

$\rho_н$ — плотность отделившейся нефти, кг/м^3;

$W_{ом}$ — массовая доля воды, содержащейся во взвешенном состоянии в отделившейся нефти, измеряемая методами, указанными в 6.1, в 6.3 и в 6.4, %, либо по формуле

$$W_{МВ} = \frac{\rho_в \cdot V_в + \rho_н \cdot V_н \cdot \frac{W_{ом}}{100}}{\rho_в \cdot V_в + \rho_н \cdot V_н} \cdot 100. \quad (5)$$

Массовую долю воды, содержащейся во взвешенном состоянии в отделившейся нефти, при определении объемной доли воды лабораторным влагомером рассчитывают по формуле

$$W_{ом} = W_о \cdot \frac{\rho_в}{\rho_н}. \quad (6)$$

14.4 Массовую долю воды в пробе нефтегазоводяной смеси, $W_{МВ}$, %, при определении объемной доли остаточной воды, содержащейся во взвешенном состоянии в отделившейся нефти, методом центрифугирования рассчитывают по формуле

$$W_{МВ} = W_{ОВ} \cdot \frac{\rho_в}{\rho_п}, \quad (7)$$

где плотность пробы $\rho_п$, к/м^3, рассчитывают по формуле

$$\rho_п = \rho_в \frac{H_в}{H_п} + \rho_н \left(1 - \frac{H_в}{H_п}\right) \quad (8)$$

либо по формуле

$$\rho_п = \rho_в \cdot \frac{V_в}{V_п} + \rho_н \cdot \left(1 - \frac{V_в}{V_п}\right). \quad (9)$$

14.5 Массовую долю воды в пробе нефтегазоводяной смеси, $W_{СМ}$, %, с учетом содержания свободного и растворенного газа рассчитывают по формуле

$$W_{СМ} = W_{МВ} \cdot \left(1 - \frac{W_{сг} + W_{рг}}{100}\right), \quad (10)$$

где $W_{сг}$ — массовая доля свободного газа в нефтегазоводяной смеси, %;

$W_{рг}$ — массовая доля растворенного газа в нефтегазоводяной смеси, %.

Примечания — Массовые доли свободного и растворенного газа в нефегазоводяной смеси учитывают, если методиками (методами) измерений массы нетто нефти в нефтегазоводяной смеси не предусмотрен их учет при расчете массы нетто нефти.

14.6 Рассчитывают среднеарифметическое значение результатов двух определений объемной и массовой доли воды в нефти. Результат вычисления объемной и массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси округляют до одного знака после запятой.

15 Прецизионность

15.1 Прецизионность метода при измерениях массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси

15.1.1 Повторяемость *r*

Расхождение результатов двух определений массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси, полученных одним и тем же оператором, работающим на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

15.1.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя независимыми результатами определения массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из двадцати.

Таблица 1 — Прецизионность метода при измерениях массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси

Массовая доля воды, %	Повторяемость *r*, %	Воспроизводимость *R*, %
от 10,0 до 40,0	$0{,}0301 \cdot W_{МВ} + 0{,}7577$	$0{,}0605 \cdot W_{МВ} + 1{,}5124$
свыше 40,0 до 60,0	$-0{,}0264 \cdot W_{МВ} + 3{,}0207$	$-0{,}053 \cdot W_{МВ} + 6{,}0512$
свыше 60,0 до 90,0	$-0{,}0152 \cdot W_{МВ} + 2{,}3514$	$-0{,}03 \cdot W_{МВ} + 4{,}67$
свыше 90,0 до 98,0	$0{,}748 \cdot W_{МВ} - 66{,}337$	$0{,}581 \cdot W_{МВ} - 50{,}32$

15.2 Прецизионность метода при измерениях объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси

15.2.1 Повторяемость *r*

Расхождение результатов двух определений объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси, полученных одним и тем же оператором, работающим на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

15.2.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя независимыми результатами определения объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2 — Прецизионность метода при измерениях объемной доли воды в нефтегазоводяной смеси

Объемная доля воды, %	Повторяемость *r*, %	Воспроизводимость *R*, %
от 10,0 до 45,0	$0{,}0285 \cdot W_{ОВ} + 0{,}8860$	$0{,}0575 \cdot W_{ОВ} + 1{,}7644$
свыше 45,0 до 65,0	$-0{,}0303 \cdot W_{ОВ} + 3{,}4957$	$-0{,}0605 \cdot W_{ОВ} + 6{,}991$
свыше 65,0 до 91,0	$-0{,}0197 \cdot W_{ОВ} + 2{,}7732$	$-0{,}0393 \cdot W_{ОВ} + 5{,}5459$
свыше 91,0 до 98,0	$1{,}16 \cdot W_{ОВ} - 104{,}578$	$0{,}92 \cdot W_{ОВ} - 81{,}733$

16 Контроль точности результатов измерений

16.1 Контроль точности измерений основан на проведении серии измерений массовой доли воды в нефтегазоводяной смеси, выполняемых в соответствии с требованиями стандарта, и сравнении полученных результатов измерений с соответствующими принятыми опорными значениями.

За опорные значения могут приниматься расчетные значения массовой доли воды в эталонных искусственных водонефтяных смесях, которые готовят в соответствии с приложением А.

16.2 Доверительные границы погрешности измерений массовой (объемной) доли воды в нефтегазоводяной смеси в лаборатории соответствуют установленным требованиям, приведенным в разделе 7, если выполняется условие

$$|W_{МВ(ОВ)j} - W_j| \le \Delta_j, \quad (11)$$

где $W_{МВ(ОВ)j}$ — массовая (объемная) доля воды при j-м опорном значении, измеренное в соответствии с положениями настоящего стандарта, %;

W_j — действительное значение (аттестованное значение) массовой (объемной) доли воды при j-м опорном значении, %;

Δ_j — доверительные границы погрешности измерений массовой (объемной) доли воды при j-м опорном значении в нефтегазоводяной смеси, %.

16.3 Контроль точности измерений массовой (объемной) доли воды в нефтегазоводяной смеси проводят для каждой лаборатории в отдельности, для нефтегазоводяной смеси каждого месторождения, пробы с которого поступают в данную лабораторию для определения объемной и массовой доли воды не менее раз в год.

16.4 Контроль точности проводят с использованием трех эталонных проб водонефтяной эмульсии с массовой (объемной) долей воды, приближенно равной начальному, среднему и верхнему значению поддиапазона измерений объемной или массовой доли воды в лаборатории в соответствии с разделом 6.

Приложение А
(рекомендуемое)

Порядок подготовки эталонных проб водонефтяной эмульсии

А.1 Подготовительные работы к проведению исследований

А.1.1 Отбирают пробу для приготовления эталонных проб водонефтяной эмульсии. Отбор пробы проводят в соответствии с требованиями раздела 11. Пробу отбирают в количестве, необходимом для приготовления трех эталонных проб водонефтяной эмульсии, с объемной или массовой доли воды, приближенно равным начальному, среднему и верхнему значению каждого поддиапазона измерений объемной или массовой доли воды в лаборатории в соответствии с разделом 7.

А.1.2 Отстаивают отобранную пробу не менее суток для разделения на воду и нефть.

Примечание — При малой объемной или массовой доли воды в нефти, либо в случаях стойких водонефтяных эмульсий разделение на воду и нефть может не наблюдаться. В таких случаях переходят к А.1.6.

А.1.3 Отделяют нефть от воды, разливая в две разные емкости.

А.1.4 Отстаивают отделившуюся воду несколько часов, до образования на поверхности пленки (следов нефти). После чего, сливают верхнюю часть воды до тех пор, пока поверхность воды не станет чистой от нефти.

Допускается разделение отделившейся воды и нефти в делительной воронке, не допуская попадания нефти из делительной воронки в емкость с водой.

А.1.5 Отделившуюся нефть отстаивают несколько часов. Затем нефть переливают в другую емкость, не допуская попадания в нее отделившейся воды.

А.1.6 Подготавливают стеклянные прозрачные бутылки с пробками вместимостью 500 $см^3$. Кроме того, в зависимости от выбранного метода измерений объемной или массовой доли остаточной воды в нефти, подготавливают лабораторную посуду, средства измерений и вспомогательные устройства.

А.1.7 Подготавливают перемешивающее устройство, применяемое для пробоподготовки нефти (далее — установка) в соответствии с руководством по эксплуатации.

А.1.8 Тщательно перемешивают весь объем подготовленной нефти в емкости в течение 5 мин путем энергичных встряхиваний.

А.1.9 Сразу же после окончания перемешивания отбирают пробу нефти и измеряют массовую долю остаточной воды в нефти методом дистилляции по ГОСТ 2477 в соответствии с 6.1 или методом титрования по Карлу Фишеру в соответствии с 6.3 или лабораторным влагомером в соответствии с 6.4.

Массовую долю остаточной воды в нефти при измерении лабораторным влагомером рассчитывают по формуле (6).

А.1.10 Рассчитывают массовую долю остаточной воды в нефти, $W_{ом}$. Результат измерения округляют до 0,01 % при использовании метода титрования по Карлу Фишеру или лабораторного влагомера, и до 0,1 % при использовании метода дистилляции.

А.2 Приготовление эталонных проб водонефтяных эмульсий

На основе приготовленной нефти последовательно приготавливают 3 эталонные пробы водонефтяных эмульсий путем добавления известного количества воды к известному количеству нефти. Количество нефти и воды определяется путем взвешивания на весах.

Примечание — В случае, если при подготовке нефти вода из отобранной пробы не отделилась, то в нефть добавляют дистиллированную воду.

А.2.1 Взвешивают на весах емкость с подготовленной нефтью.

А.2.2 Тщательно перемешивают весь объем приготовленной нефти в емкости в течение 5 мин путем энергичных встряхиваний и часть нефти заливают в установку или в емкость для перемешивания.

А.2.3 Взвешивают на весах емкость с оставшейся нефтью.

А.2.4 Рассчитывают массу нефти, залитой в установку (емкость для перемешивания) по разности масс емкости с подготовленной нефтью до и после заполнения установки (емкости для перемешивания), с точностью до 0,01 г.

А.2.5 Включают перемешивающее устройство, и после двухминутной циркуляции в нефть добавляют воду в необходимом количестве, либо тщательно перемешивают нефть в емкости для перемешивания в течение 5 минут путем энергичных встряхиваний. Для получения эталонной пробы с заданным содержанием воды, массу добавляемой воды рассчитывают по формуле

$$m_в = \frac{W - W_{ом}}{100 - W} \cdot m_н, \qquad (А.1)$$

где $m_в$ — масса добавляемой воды, г;

W — заданное содержание воды, % (массовые доли);

$W_{ом}$ — массовая доля остаточной воды в нефти, %;

$m_н$ — масса нефти, г.

А.2.6 Рассчитанную массу воды округляют до целых чисел, удобных для дозирования.

А.2.7 Значение массовой доли воды в эталонной водонефтяной эмульсии W, %, рассчитывают по формуле

$$W = \frac{m_в + m_н \cdot \frac{W_{ом}}{100}}{m_в + m_н} \cdot 100. \quad (А.2)$$

А.2.8 Перемешивают водонефтяную эмульсию в течение 5—7 мин.

А.2.9 Затем сливают водонефтяную эмульсию в емкость, применяемую для отбора пробы из трубопровода.

А.2.10 Операции по А.2.1—А.2.9 повторяют для последующих двух эталонных проб.

А.3 Проведение исследований

А.3.1 Проводят перемешивание пробы в пробоотборнике (в пробосборнике) и проводят отбор пробы для измерений в соответствии с требованиями стандарта. Затем перемешивания повторяют и проводят отбор следующей пробы для измерений.

А.3.2 Проводят измерения массовой доли воды в нефти. Измерения проводят в соответствии с требованиями раздела 13.

А.3.3 Операции по А.3.1—А.3.3 повторяют для последующих двух эталонных проб водонефтяных эмульсий.

Библиография

[1] Р 50.2.075—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Нефть и нефтепродукты. Лабораторные методы измерения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API

[2] АСТМ Д4007—11(2016)e1 Стандартный метод определения содержания воды и осадка в сырой нефти методом центрифугирования (лабораторная процедура) (Standard test method for water and sediment in crude oil by the centrifuge method (Laboratory Procedure))

[3] АСТМ Е203—16 Стандартный метод испытаний для определения содержания воды с помощью объемного титрования по методу Карла Фишера (Standard test method for water using volumetric Karl Fischer titration)

УДК 665.61:543.613.2:542.49:006.034 ОКС 75.040

Ключевые слова: объемная доля воды в нефтегазоводяной смеси, массовая доли воды в нефтегазоводяной смеси, комбинированный метод измерений

Редактор *Д.А. Кожемяк*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 23.05.2022. Подписано в печать 03.06.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,24.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru