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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 35118— 2024

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение содержания воды методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру

(ISO 12937:2000, NEQ)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Публичным акционерным обществом «Газпром нефть» (ПАО «Газпром нефть»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2024 г. № 177-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 сентября 2024 г. № 1300-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35118—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 октября 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ISO 12937:2000 «Нефтепродукты. Определение воды. Метод кулонометрического титрования по Карлу Фишеру» («Petroleum products — Determination of water — Coulometric Karl Fischer titration method», NEQ)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение содержания воды методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру

Petroleum products.
Determination of water content by coulometric Karl Fischer titration method

Дата введения — 2025—10—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты, выкипающие до 390 °С, и устанавливает метод определения содержания воды (массовой доли воды) в диапазоне концентраций от 30 мг/кг (0,003 % масс.) до 1000 мг/кг (0,100 % масс.).

1.2 Настоящий стандарт не распространяется на нефтепродукты, содержащие кетоны, и остаточные топлива.

Примечание — Настоящий стандарт допускается также применять для определения содержания воды (массовой доли воды) в базовых маслах, однако прецизионность в данном случае не установлена.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

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

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ ISO 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб*

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля**

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания***

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который

* Не действует в Российской Федерации.

** Не действует в Российской Федерации. В части воды степени чистоты 1 и 2 в Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

*** В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Помещают испытуемый образец в ячейку для титрования автоматического титратора для кулонометрического титрования по Карлу Фишеру. Во время реакции на аноде выделяется йод, избыток которого, определяемый электрометрическим детектором, указывает на завершение титрования. Согласно стехиометрическому уравнению реакции один моль йода взаимодействует с одним молем воды. В соответствии с законом Фарадея количество воды в образце пропорционально суммарному количеству тока, затраченному на титрование.

4 Мешающие факторы

Мешающими факторами для настоящего метода определения могут быть сероводород и меркаптаны. Однако их концентрации менее 30 мг/кг (0,003 % масс.) в пересчете на серу не оказывают значительного влияния на определение содержания воды (массовой доли воды) в диапазоне концентраций от 30 мг/кг (0,003 % масс.) до 1000 мг/кг (0,100 % масс.).

Примечание — Другие органические соединения серы, например сульфиды, дисульфиды и тиофены, не влияют на определения содержания воды по настоящему методу.

5 Реактивы и материалы

5.1 Чистота реактивов

Если не указано иное, то используют реактивы квалификации ч. д. а. или выше.

Примечание — Допускается использовать реактивы квалификации, отличной от указанной, при условии, что они не снижают точность определения.

5.2 Молекулярное сито гранулированное, тип 4А

Активируют в термостате или печи при температуре от 200 °С до 250 °С в течение 4 ч. Переносят в сухую герметичную склянку или эксикатор и охлаждают до температуры окружающей среды.

5.3 Ксилол (*орто*-ксилол), с массовой долей основного вещества не менее 99,2 %

Обезвоживают, добавляя примерно 100 г активированного молекулярного сита 4А в 2 дм^3 ксилола. Выдерживают не менее 12 ч.

5.4 Реактивы Карла Фишера

5.4.1 Анодный раствор (анолит)

Смешивают стандартный (коммерчески доступный) анодный раствор реактива Карла Фишера и обезвоженный ксилол в соотношении 6:4 (по объему).

Примечание — Допускается использовать другие соотношения анодного раствора реактива Карла Фишера и безводного ксилола, обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

5.4.2 Катодный раствор (католит)

Используют стандартный (коммерчески доступный) катодный раствор реактива Карла Фишера.

5.4.3 Универсальный раствор реактива Карла Фишера, используемый вместо анолита и католита в ячейках с диафрагмой или без нее.

5.5 Диоктилсульфосукцинат натрия.

Примечание — Допускается использовать другие анионные поверхностно-активные вещества, обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

5.5.1 Раствор диоктилсульфосукцината натрия

Выдерживают диоктилсульфосукцинат натрия в термостате или печи (сушильном шкафу) при температуре от 105 °С до 110 °С в течение 4 ч. Переносят в сухую герметичную склянку или эксикатор и охлаждают до температуры окружающей среды. Растворяют 10 г диоктилсульфосукцината натрия в безводном ксилоле и доводят объем раствора до 100 $см^3$ безводным ксилолом. Содержание воды (массовая доля воды) в полученном растворе должно составлять менее 100 мг/кг (0,01 % масс.) при оценке по настоящему методу определения сразу после приготовления раствора.

5.6 Вода степени чистоты 3 по ГОСТ ISO 3696 или вода более высокой степени чистоты.

Примечание — Степень чистоты воды может быть обеспечена применением соответствующего оборудования.

6 Аппаратура

6.1 Титратор для кулонометрического титрования по Карлу Фишеру, обеспечивающий определение по настоящему стандарту.

6.2 Устройство (мешалка) перемешивающее погружное или циркуляционное, не вовлекающее воздух, обеспечивающее подготовку образцов по 7.2 (при необходимости).

6.3 Шприцы, обеспечивающие выполнение определения по настоящему стандарту.

Примечания

1 Рекомендуется использовать иглы для шприцев с диаметром от 0,5 до 0,8 мм и длиной, обеспечивающей прохождение кончика иглы под поверхностью анолита при ее введении сквозь мембрану в ячейку для титрования.

2 Рекомендуется использовать (при необходимости) шприцы следующей вместимости:

- 0,01 $см^3$ для периодической проверки работы титратора;
- от 1 до 2 $см^3$ для образцов нефтепродуктов;
- 10 $см^3$ для дозирования раствора диоктилсульфосукцината натрия при гомогенизации пробы.

6.4 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г.

Примечание — Для подтверждения указанных характеристик весов и обеспечения процедуры взвешивания может потребоваться проведение дополнительной калибровки весов в условиях эксплуатации.

6.5 Колба мерная вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

6.6 Склянки или эксикаторы герметичные по ГОСТ 25336.

6.7 Печь (сушильный шкаф) или термостат, обеспечивающие нагрев и поддержание температуры от 105 °С до 250 °С.

6.8 Баня охлаждающая (при необходимости).

6.9 Термометр, обеспечивающий проведение измерения температуры по 7.2.

6.10 Секундомер.

6.11 Допускается использовать лабораторную посуду, аппаратуру и средства измерения (СИ), отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

7 Отбор проб и подготовка образцов

7.1 Отбор проб — по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, или ГОСТ ISO 3170.

7.2 Подготовка образцов

7.2.1 Если проба отобрана в контейнер, непригодный для ее визуального осмотра, то следуют указаниям, приведенным в 7.2.4. Не допускается перенос пробы в другой контейнер.

7.2.2 Непосредственно перед проведением анализа пробу энергично встряхивают в течение 30 с. Визуально оценивают прозрачность пробы. Создают круговым вращением пробы воронку и рассматривают нижнюю часть контейнера на наличие воды и твердых частиц.

7.2.3 Если проба чистая и прозрачная, без капель воды и твердых частиц, то используют чистый сухой шприц, промывают его, последовательно отбирая и отбрасывая не менее трех порций пробы объемом от 1 до 2 $см^3$ и отбирают образец объемом от 1 до 2 $см^3$. Проводят определение в соответствии с разделом 9.

7.2.4 Если проба мутная и/или непрозрачная, и/или в ней присутствуют капли воды, твердые частицы, то выполняют следующие действия для ее гомогенизации и определения условий перемешивания.

7.2.4.1 Проводят холостой опыт. Взвешивают пустой контейнер для пробы. Регистрируют значение его массы до 0,1 г. Наполняют контейнер на 80 % от его вместимости чистой, светлой, прозрачной, не содержащей капель воды и твердых частиц, наблюдаемых при перемешивании с образованием воронки, пробой нефтепродукта. Используют чистый сухой шприц. Промывают его, предварительно отбирая и отбрасывая от полученной пробы не менее трех порций объемом от 1 до 2 $см^3$. Отбирают образец объемом от 1 до 2 $см^3$. Определяют содержание воды (массовую долю воды) в холостом опыте в соответствии с разделом 9.

7.2.4.2 Повторно взвешивают контейнер с пробой, регистрируют и округляют значение массы до 0,1 г. Регистрируют температуру пробы и округляют до 1 °С. Доводят путем добавления воды ее содержание в пробе до 1000 мг/кг (0,100 % масс.). Регистрируют и округляют значение массы воды до 0,1 мг.

7.2.4.3 Добавляют шприцем вместимостью 10 $см^3$ порцию раствора диоктилсульфосукцината натрия. Если испытуемый продукт — бензин, керосин, дизельное топливо или газойль, то обычно достаточно 1 $см^3$ раствора диоктилсульфосукцината натрия на 100 $см^3$ пробы. Если испытуемый продукт — тяжелая бензиновая фракция, то требуется добавление 2 $см^3$ раствора диоктилсульфосукцината натрия на 100 $см^3$ пробы.

7.2.4.4 Перемешивают пробу. Следуют инструкции изготовителя перемешивающего устройства. Для погружного перемешивающего устройства регистрируют скорость и время перемешивания, а также примерное расстояние между концом вала перемешивающего устройства и дном контейнера. Приемлемыми обычно считают скорость 15 000 об/мин, время 60 с и расстояние 20 мм. Для циркуляционного перемешивающего устройства регистрируют время и скорость циркуляции, а также примерное положение отверстий поглощения и выпуска. Приемлемым, как правило, считают время 15 мин при скорости, обеспечивающей пропускание всего содержимого по крайней мере один раз в минуту, а отверстия для поглощения должны быть расположены максимально близко к дну контейнера.

Примечание — С целью исключения потерь легких фракций, при перемешивании не допускают повышение температуры пробы более чем на 2 °С. При необходимости пробу помещают в охлаждающую баню до регистрации ее температуры.

7.2.4.5 После перемешивания используют чистый сухой шприц. Промывают его, предварительно отбирая и отбрасывая от пробы не менее трех порций объемом от 1 до 2 $см^3$. Отбирают образец объемом от 1 до 2 $см^3$. Проводят определение в соответствии с разделом 9. Если полученные результаты согласуются в пределах повторяемости с известным значением общего содержания воды в пробе (сумма значения, полученного в холостом опыте, и значения добавленной воды), то регистрируют условия гомогенизации и используют в дальнейшем для аналогичных проб. Если полученные результаты не согласуются в пределах повторяемости, то используют более жесткие условия перемешивания.

8 Подготовка к проведению испытания

8.1 Следуют инструкции изготовителя титратора для кулонометрического титрования по Карлу Фишеру.

8.2 Наполняют ячейки для титрования раствором/растворами реактива/реактивов Карла Фишера.

Примечание — Уплотняют все стыки и соединения ячейки для титрования в целях предотвращения попадания влаги из атмосферы.

8.3 Включают титратор и титруют остаточную влагу в ячейке для титрования до достижения конечной точки титрования. Фоновый ток должен быть постоянным или ниже максимального значения, рекомендованного изготовителем титратора.

Примечание — Интенсивный фоновый ток в течение длительного периода может быть обусловлен влагой на внутренних стенках ячейки для титрования. В таком случае стенки ячейки промывают, осторожно взбалтывая содержащийся в ней раствор. Проверяют все стыки и соединения ячейки, чтобы убедиться, что атмосферная влага не попадает в ячейку.

8.4 При загрязнении нефтепродуктом анодный и катодный отсеки ячейки очищают ксилолом (см. 5.3). Не используют ацетон или другие кетоны для очистки титратора.

8.5 Замену анолита, католита или общего раствора реактива Карла Фишера проводят в соответствии с указаниями инструкции изготовителя титратора.

9 Проведение испытания

9.1 Непосредственно после подготовки образца взвешивают шприц с образцом, регистрируют и округляют значение массы до 0,0001 г.

9.2 Протирают иглу чистой сухой тканью, затем прокалывают ею мембрану входного отверстия, опускают кончик иглы под поверхность жидкости, впрыскивают весь отобранный испытуемый образец.

9.3 Извлекают шприц после впрыскивания, протирают иглу чистой сухой тканью, взвешивают пустой шприц, регистрируют и округляют значение массы до 0,0001 г.

9.4 Титруют образец до достижения конечной точки титрования, регистрируют значение массы оттитрованной воды.

Примечание — Для титраторов, автоматически рассчитывающих массовую долю воды в образце, регистрируют полученное значение вместо значения массы оттитрованной воды.

10 Обработка результатов испытания

10.1 Вычисляют массовую долю воды *w* по формулам:

$$w = \frac{m_2}{m_1}, \text{ мг/кг,} \quad (1)$$

$$w = \frac{m_2}{m_1} \cdot 10^{-4}, \text{ \% масс.,} \quad (2)$$

где m_2 — масса оттитрованной воды, мг;

m_1 — масса образца, кг.

10.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений, округленное до 10 мг/кг (0,001 % масс.).

11 Прецизионность

11.1 Повторяемость *r*

Расхождение между результатами двух определений, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение *r* только в одном случае из 20.

$$r = 0{,}01874 \cdot X^{0{,}5}, \quad (3)$$

где *X* — результат испытания, % масс.

11.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение *R* только в одном случае из 20.

$$R = 0{,}06877 \cdot X^{0{,}5}, \quad (4)$$

где *X* — результат испытания, % масс.

12 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать следующие данные:

- обозначение настоящего стандарта;
- идентификацию образца;
- результаты визуальной оценки пробы (чистая, прозрачная, содержит или не содержит капли воды и твердые частицы);

- результаты гомогенизации (в случае ее проведения): количество используемого раствора диоктилсульфосукцината натрия, тип перемешивающего устройства и условия перемешивания, температуру пробы до и после перемешивания;
- результат испытания;
- информацию о любых отклонениях от установленной процедуры проведения испытания;
- дату проведения испытания.

УДК 665.71:006.354 МКС 75.080 NEQ

Ключевые слова: нефтепродукты, определение содержания воды, метод кулонометрического титрования по Карлу Фишеру

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03.10.2024. Подписано в печать 08.10.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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