ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Нефть сырая
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ.
Метод дистилляции

СТ РК 1314 - 2004
(ИСО 9029:1990, MOD)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН АО «Казахский институт нефти и газа»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 10 декабря 2004 г., № 419

3 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2009 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

4 Настоящий стандарт является модифицированным относительно международного стандарта ИСО 9029:1990 «Нефть сырая. Определение содержания воды. Метод дистилляции».

В настоящем стандарте изменены название и структура разделов по отношению к международному стандарту.

Дополнительные положения, слова и фразы, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Республики Казахстан, выделены курсивом.

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой международного стандарта ИСО 9029:1990 приведено в Приложении А.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Определения	1
4	Средства контроля и вспомогательные устройства	2
5	Порядок подготовки к проведению испытания	4
5.1	Отбор проб	4
5.2	Проверка и подготовка испытательного оборудования	5
5.3	Подготовка проб	5
6	Порядок проведения испытания	6
7	Обработка результатов	6
	Приложение А Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой [1]	8
	Приложение Б Библиография	10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Нефть сырая
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ
Метод дистилляции

Дата введения 2006.01.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воды в нефти методом дистилляции.

Стандарт пригоден для корректировки объема транспортируемой нефти.

Сущность метода состоит в нагревании пробы нефти с последующей конденсацией пара и измерении объема сконденсированной воды, поступившей в приемник-ловушку (далее ловушку).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 1.0-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Основные положения.

СТ РК 1.1-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Стандартизация и смежные виды деятельности. Термины и определения.

СТ РК 1.2-2002 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок разработки государственных стандартов.

СТ РК 1.5-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

СТ РК 1.9-2003 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов и нормативных документов по стандартизации, сертификации и аккредитации.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб.

ГОСТ 5789-78 Реактивы. Толуол. Технические условия.

ГОСТ 9410-78 Е Ксилол нефтяной. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Е Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 29230-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные.

3 Определения

В настоящем стандарте применяется следующий термин с соответствующим определением:

3.1 ***Дистилляция:*** *Разделение жидких смесей, основанное на отличии состава жидкости от состава, образующегося из нее пара.*

Издание официальное

4 Средства контроля и вспомогательные устройства

4.1 Аппарат для определения количественного содержания воды в нефти, приведенный на рисунке 1, состоящий из:

- перегонной колбы вместимостью 1000 $см^3$ со шлифом 24/39. Допускается применение колб типа *К-1 – 500 – 29/32 ТС, К-1 – 1000 – 29/32 ТС, К-1 – 2000 – 54/40 с переходом П1 – 2 – 45/40 – 29/32 ТС по ГОСТ 25336;*
- ловушки вместимостью 5 $см^3$, с ценой деления 0,05 $см^3$;
- холодильника Либиха (прямого) длиной 400 мм. *Допускается применение холодильника типа ХПТ с длиной кожуха не менее 300 мм по ГОСТ 25336;*
- сушильной трубки (для предотвращения попадания атмосферной влаги) с осушителем.

4.2 *Пипетка вместимостью 1 и 5$см^3$ по ГОСТ 29230.*

4.3 *Цилиндр вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.*

4.4 Щуп (из латуни или бронзы) или скребок (из стали), снабженный наконечником из политетрафторэтилена, приведенные на рисунке 2 (позиции 1 и 2). *Допускается применение стеклянной палочки длиной около 500 мм с резиновым наконечником.*

4.5 Трубка-разбрызгиватель для промывания внутренней трубки холодильника, приведенного на рисунке 2 (позиция 3).

4.6 Магнитная мешалка.

4.7 Стеклянные шарики (дробь). *Допускается применение кусочков пемзы или неглазурованного фаянса и фарфора, или запаянных с одного конца стеклянных капилляров.*

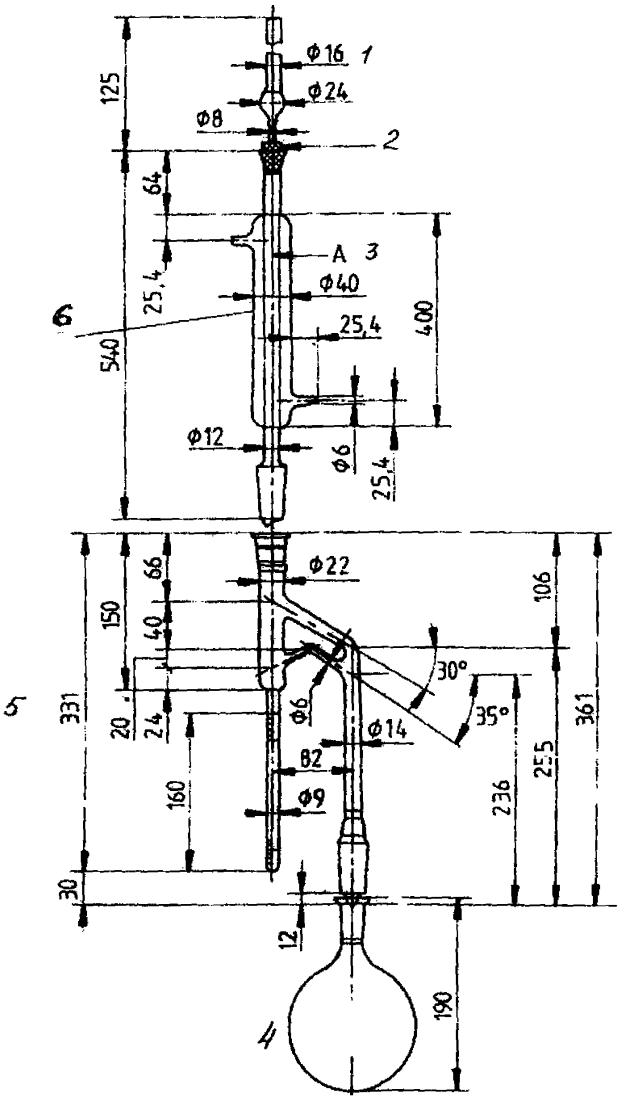
4.8 *Колбонагреватель или другое электронагревательное устройство.*

4.9 *Толуол по ГОСТ 5789, допускается использовать нефтяные дистилляты с пределом кипения от 100 до 200^{0}С и от 100 до 140^{0}С.*

4.10 *Ксилол по ГОСТ 9410, допускается использовать нефтяные дистилляты с пределом кипения от 100 до 200^{0}С и от 100 до 140^{0}С.*

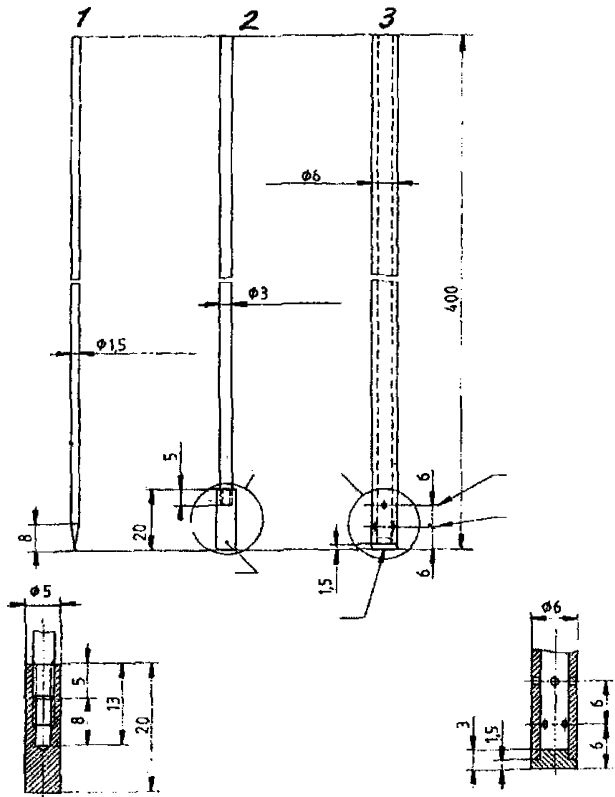
4.11 Бензин-растворитель БР-1.

Допускается применение других средств контроля, обеспечивающих необходимую точность измерений.



1 – трубка (сушильная); 2 – резиновая пробка; 3 – верхний предел конденсата;
4 – колба; 5 – ловушка; 6 – холодильник

Рисунок 1



1 – щуп; 2 – скребок; 3 – трубка-разбрызгиватель

Рисунок 2

5 Порядок подготовки к проведению испытания

5.1 Отбор проб

5.1.1 *Отбор проб - по ГОСТ 2517.*

5.1.2 Необходимый объем (масса) пробы определяется в соответствии с таблицей 1 в зависимости от предполагаемого содержания в ней воды.

Таблица 1 – Объем пробы

Предполагаемое содержание воды, % (по массе) или % (по объему)	Масса или объем пробы, г или $см^3$
50,1 и более	5
25,1 – 50,0	10
10,0 – 25,0	20
5,1 – 10,0	50
1,1 – 50,0	100
0,5 -1,0	200
менее 0,5	200

5.2 Проверка и подготовка испытательного оборудования

5.2.1 Перед началом испытаний проводят проверку аппарата на герметичность. Для этого в колбу наливают 400 $см^3$ толуола или ксилола (далее растворителя[1]) и проводят дистилляцию по процедуре раздела 6. Охлаждают систему, осторожно снимают ловушку со шлифа и удаляют содержимое в ней. Добавляют пипеткой (1,00 ± 0,01) $см^3$ дистиллированной воды в колбу, соединяют ловушку с холодильником и колбой и снова проводят дистилляцию по процедуре раздела 6. Определяют объем воды в ловушке.

5.2.2 Процедуру по 5.2.1 повторяют с объемом дистиллированной воды, равным (4,50 ± 0,05) $см^3$.

5.2.3 Аппарат считается пригодным для проведения испытаний, если объем воды в ловушке не превышает значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Максимальная вместимость ловушки, при температуре 20 °С, $см^3$	Объем воды, добавленной в колбу при температуре 20 °С, $см^3$	Допустимые отклонения при температуре 20 °С, $см^3$
5,00	1,00	± 0,025
5,00	4,50	± 0,025

5.2.4 Несоблюдение требований 5.2.3 свидетельствует об утечке пара, бурного кипения содержимого в колбе или проникновения влаги через негерметично подогнанные шлифы или пробку.

При выяснении причины нарушения нормальной работы аппарата ее необходимо устранить и повторить процедуру по 5.2.1 и 5.2.2.

5.3 Подготовка проб

5.3.1 Мерным цилиндром отмеряют объем пробы по 5.2.1, и медленно, для предотвращения образования пузырьков воздуха, переливают в колбу. Мерный цилиндр промывают пять раз растворителем, общий объем порций которого равен объему пробы, и переносят в колбу.

5.3.2 В колбу доливают растворитель, в таком количестве, чтобы общий объем жидкости стал равен 400 $см^3$.

5.3.3 Навеску нефти взвешивают в колбе, предварительно определив массу пустой колбы. Затем добавляют растворитель по 5.3.2.

[1] «Возможно применение бензина-растворителя БР-1», т. к. при равных результатах БР-1 менее токсичен, чем толуоли кислот

5.3.4 Для предотвращения бурного кипения жидкости в колбе, в нее помещают стеклянные шарики, *или несколько кусочков неглазурованного фаянса (фарфора), или капилляры.* Для этих целей можно использовать магнитную мешалку.

5.3.5 При сборке аппарата использование смазки для стеклянных соединений не допускается.

6 Порядок проведения испытания

6.1 Нагревание колбы проводят таким образом, чтобы кипение жидкости не протекало бурно. Интенсивность кипения при этом должна обеспечивать скорость дистилляции от 2 до 5 капель/с.

6.2 Время перегонки должно быть от тридцати минут до одного часа. Дистилляцию продолжают до тех пор, пока объем в ловушке *не будет увеличиваться, а верхний слой* растворителя станет прозрачным.

6.3 Если на стенках внутренней трубки холодильника наблюдается *скопление капелек* воды, ее вымывают растворителем, используя промывную трубку-разбрызгиватель струйного типа или аналогичное устройство. Промывание проводят после отключения нагревателя.

6.4 После этого включают нагреватель и продолжают дистилляцию не менее пяти минут. Процедуру повторяют до тех пор, пока в холодильнике будет присутствовать вода.

6.5 Если, после повторной дистилляции, в трубке остались еще капли воды, их следует столкнуть в ловушку, используя щуп, скребок или *стеклянную палочку.*

6.6 По окончании испытаний, выключают нагреватель, ловушку отсоединяют от холодильника, *охлаждают до комнатной температуры, а капли воды, оставшиеся на стенках, с помощью щупа, скребка или стеклянной палочки,* сталкивают в водяной слой.

6.7 Определяют объем воды в ловушке с точностью до половины цены деления ловушки.

7 Обработка результатов

7.1 Объемную (X) долю воды в процентах определяют по формулам:

$$X = \frac{V_0}{V_1} \times 100 \ , \qquad (1)$$

$$X = \frac{V_0}{m / p} \times 100 , \qquad (2)$$

где V_0 – объем воды в ловушке, см^3;

V_1 – *объем пробы,* см^3.

m – масса пробы, г;

p – плотность *пробы,* г/ см^3.

Примечание – Плотность воды принимают равной 1 г/см^3.

7.2 Массовую (X_1) *долю воды в процентах определяют по формуле:*

$$X_1 = \frac{V_0}{m} \times 100 . \qquad (3)$$

7.3 За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений если расхождение между ними не превышает 0,025 %.

7.4 *Объем воды в ловушке равный 0,03 см^3 и меньше считается следами.*

Отсутствие воды в испытуемой пробе нефти определяется состоянием, при котором в нижней части ловушки не видно капель воды.

7.5 Точность метода

7.5.1 Сходимость

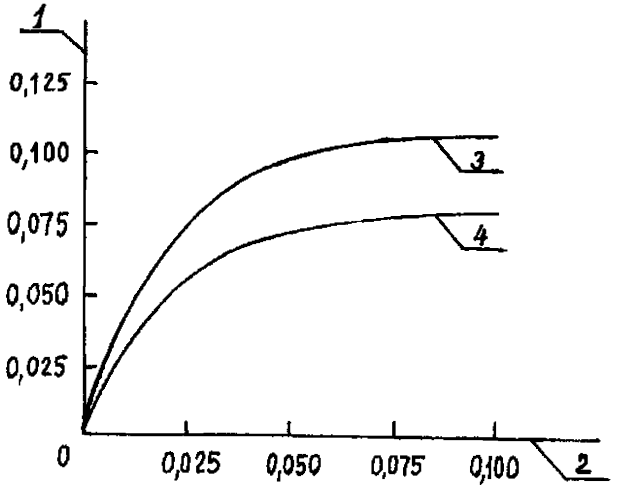
Расхождение результатов испытаний, полученных одним и тем же оператором, при использовании одного и того же оборудования, при постоянном режиме испытаний, идентичности испытуемого материала и правильном применении данного метода, может превысить приводимые ниже значения лишь в одном случае из двадцати:

- при содержании воды от 0 до 0,10 % расхождение результатов измерений определяется по кривой 4 рисунка 3;
- при содержании воды от 0,10 до 1,00 % расхождение результатов измерений не должно превышать значения 0,08 %.

7.5.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными, различными операторами в различных лабораториях, с использованием идентичного испытуемого материала и правильном применении данного метода испытаний, может превышать приводимые ниже значения лишь в одном случае из двадцати:

- при содержании воды от 0 до 0,10 %, расхождение результатов измерений определяется по кривой 3 рисунка 3;
- при содержании воды от 0,100 до 1,00 %. расхождение результатов измерений не должно превышать значения 0,11 %.



1 – расхождение между двумя результатами; 2 – объемная (массовая) доля воды, в процентах
3 – воспроизводимость результатов испытаний; 4 – сходимость результатов испытаний

Рисунок 3

Приложение А
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой [1]

Изменение структуры и названий разделов государственного стандарта относительно структуры и названий разделов [1] *обусловлено требованиями* СТ РК 1.5.

Таблица А.1 - Сопоставление структуры и названий разделов настоящего стандарта со структурой и названиями разделов [1]

Структура и *названия разделов* [1]	Структура и названия разделов настоящего стандарта
1 Область распространения	1 Область *применения*
2 Справочные материалы[1]	2 Нормативные ссылки
	3 Определения
3 Примечание[2]	
4 Принцип[3]	
5 Оборудование 5.1 Общие положения 5.2 Перегонная колба 5.3 Ловушка 5.4 Холодильник 5.5 Сушильная трубка 5.6 Нагреватель 5.7 Трубка-разбрызгиватель 5.8 Щуп, скребок 5.9 Калибровка аппарата	4 Средства контроля и вспомогательные устройства 4.1 4.2 4.3 4.4 4.5 4.6 4.7 4.8 4.9
6 Растворитель[4]	
7 Калибровка и испытание по рекуперации[5] 7.1 Общие положения 7.2 Калибровка 7.3 Испытание по рекуперации воды 7.4 Нарушение нормальной работы	5 Порядок подготовки к проведению *испытания* 5.1 Отбор проб 5.1.1 5.1.2 5.2 Проверка и подготовка испытательного *оборудования* 5.2.1 5.2.2 5.2.3 5.2.4 5.3 Подготовка проб 5.3.1 5.3.2 5.3.3 5.3.4 5.3.5

Продолжение таблицы А.1

Структура и названия разделов [1]	Структура и названия разделов настоящего стандарта
8 Отбор проб[6] 8.1 Общие положения 8.2 Проба, полученная в лабораторных условиях 8.3 Приготовление опытной пробы 8.3.1 8.3.2 8.3.3	
9 Методика 9.1 9.2 9.2.1 9.2.2 9.3 9.4 9.5 9.6	6 Порядок проведения испытания 6.1 6.2 6.3 6.4 6.5 6.6 6.7
10 Выражение результатов	7 Обработка результатов 7.1 7.2 7.3 7.4 7.5 Точность метода 7.5.1 Сходимость 7.5.2 Воспроизводимость
11 Точность метода[7] 11.1 Повторяемость (результатов испытаний) 11.2 Воспроизводимость результатов испытаний	
12 Протокол испытаний[8]	
Приложение А Транспортировка проб[9]	

Примечания -

[1] – ссылка на ИСО383-1976 заменена на ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336; ссылка на ИСО 3170-1988 и ИСО 3171-1988 заменена на ГОСТ2517; ссылка на ИСО 4259-1979 исключена, поскольку в тексте настоящего ссылка на данный стандарт отсутствует; ссылка на ИСО 5280-1979 заменена на ГОСТ 9410.

[2] – сведения приведенные в данном разделе включены во введение.

[3] – сведения приведенные в данном разделе включены в раздел 1 «Область применения».

[4] – требования к растворителю приведены в 5.2.1.

[5] – требования данного раздела приведены в разделе 5

[6] – требования данного раздела к отбору и приготовлению проб приведены в 5.1 и 5.3.

[7] – точность метода включена в 7.5.

[8] - данный раздел исключен, поскольку он не содержит нормативных требований.

[9] – данное приложение исключено из настоящего стандарта, поскольку его требования приведены в ГОСТ 2517.

Приложение Б
(справочное)

Библиография

[1] МС ИСО 9029:1990 Нефть сырая. Определение содержания воды методом дистилляции.

УДК МКС 75.080

Ключевые слова: Сырая нефть, определение содержания, испытания, метод дистилляции, вода

gost.e-ecolog.ru