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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 3734— 2016

ТОПЛИВА ЖИДКИЕ ОСТАТОЧНЫЕ

Определение содержания воды и осадка методом центрифугирования

(ISO 3734:1997, Petroleum products — Determination of water and sediment in residual fuel oils — Centrifuge method, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательским институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 ноября 2016 г. № 93-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2017 г. № 252-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3734—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3734:1997 «Нефтепродукты. Определение воды и осадка в жидких остаточных топливах. Метод центрифугирования» («Petroleum products — Determination of water and sediment in residual fuel oils — Centrifuge method», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом SC 6 «Bulk cargo transfer, accountability, inspection and reconciliation» (Перекачка бестарного топлива, учет, контроль и согласование) совместного технического комитета по стандартизации ISO/TC 28 «Petroleum products and lubricants» (Нефтепродукты и смазочные материалы).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты» (по состоянию на 1 января текущего года), 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, 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

© Стандартинформ, 2017

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

ТОПЛИВА ЖИДКИЕ ОСТАТОЧНЫЕ

Определение содержания воды и осадка методом центрифугирования

Residual fuel oil. Determination of water and sediment content by centrifuge method

Дата введения — 2018—07—01

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасного оборудования, материалов и процедур. Настоящий стандарт не ставит своей целью решить все вопросы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья персонала и определяет пригодность упомянутых ограничений перед его применением.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение суммарного содержания воды и осадка в остаточных жидких топливах методом центрифугирования. В некоторых нефтепродуктах трудно обнаружить настоящим методом содержание воды или осадка. В таких случаях следует использовать ISO 3733 и/или ISO 3735.

Примечание 1 — Было установлено, что применение метода центрифугирования для определения содержания воды и осадка часто приводит к ошибочным результатам, особенно при использовании высокоскоростной мешалки для получения представительной пробы. Поэтому настоящий метод не всегда дает удовлетворительные результаты, и количество определенной воды, как правило, ниже ее фактического содержания.

Значительное количество воды и осадка может вызывать проблемы при работе оборудования, двигателей и горелок, особенно когда в воде присутствуют минеральные соли. Конструкция оборудования, такого как фильтры или центрифуги, предназначенного для очистки жидкого остаточного топлива, основана на том, что максимальное количество примесей будет удалено перед сжиганием. В остаточных жидких топливах, предназначенных для дальнейшей переработки, также должно быть низкое содержание воды и осадка для минимизации проблемы коррозии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ISO 3170:1988, Petroleum liquids — Manual sampling (Жидкие нефтепродукты. Ручной отбор проб)[1)]

ISO 3171:1988, Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling (Жидкие нефтепродукты. Автоматический отбора проб из трубопровода)

ISO 3733, Petroleum liquids and bituminous materials — Determination of water — Distillation method (Жидкие нефтепродукты и битуминозные материалы. Определение воды. Метод дистилляции)[2)]

[1)] В настоящее время действует ISO 3170:2004 «Petroleum liquids — Manual sampling» («Жидкие нефтепродукты. Ручной отбор проб»).

[2)] В настоящее время действует ISO 3733:1999 «Petroleum liquids and bituminous materials — Determination of water — Distillation method» («Жидкие нефтепродукты и битуминозные материалы. Определение воды. Метод дистилляции»).

Издание официальное

ISO 3735, Crude petroleum and fuel oils — Determination of sediment — Extraction method (Нефть сырая и нефтяные топлива. Определение осадка. Метод экстракции)[3)]

ISO 4787:1984, Laboratory glassware — Volumetric glassware — Methods for use and testing of capacity (Лабораторная стеклянная посуда. Мерная стеклянная посуда. Методы использования и определения вместимости)[4)]

ISO 5272:1979, Toluene for industrial use — Specifications (Толуол для промышленного применения. Спецификации)

ISO 12937, Petroleum liquids — Determination of water — Coulometric Karl Fisher method (Жидкие нефтепродукты. Определение воды. Кулонометрический метод Карла Фишера)[5)]

3 Сущность метода

Помещают равные объемы тяжелого нефтяного топлива и насыщенного водой толуола в конусообразную пробирку для центрифугирования. После центрифугирования регистрируют объем воды и уровень плотного осадка в нижней части пробирки.

4 Реактивы и материалы

4.1 Толуол

Используют толуол марки 1 по ISO 5272. Растворитель должен быть насыщен водой при температуре испытаний (50 ± 1) °С или (60 ± 1) °С, но не должен содержать взвешенной воды (процедура насыщения растворителя водой приведена в приложении В).

4.2 Деэмульгатор

Деэмульгатор способствует отделению воды от испытуемого образца и предотвращает его налипание на стенки пробирки для центрифугирования. Тип деэмульгатора, его концентрация и используемое количество должны быть согласованы между заинтересованными сторонами. Рекомендуемый исходный раствор состоит из 25 % об. деэмульгатора и 75 % об. толуола. Для некоторых видов тяжелого нефтяного топлива может потребоваться другое соотношение деэмульгатора.

Использование деэмульгатора в рекомендованных концентрациях и количестве не добавляет объем к определяемым воде и осадку. Хранят раствор деэмульгатора в плотно закупоренной бутылке из коричневого стекла.

Примечание 2 — В настоящем стандарте единицу измерения, выраженную в процентах по объему (% об.), используют для выражения объемных долей.

5 Аппаратура

5.1 Центрифуга

Центрифуга, обеспечивающая вращение двух или более заполненных конусообразных пробирок для центрифугирования высотой 200 мм (см. 5.2) с контролируемой скоростью вращения для обеспечения на концах пробирок относительной центробежной силы *rcf* в диапазоне от 500 до 850.

Вращающаяся головка, кольца цапфы и чашки цапфы, включая прокладки, должны иметь прочную конструкцию, способную выдержать максимальную центробежную силу, создаваемую приводом.

[3)] В настоящее время действует ISO 3735:1999 «Crude petroleum and fuel oils — Determination of sediment — Extraction method» («Нефть сырая и нефтяные топлива. Определение осадка. Метод экстракции»).

[4)] В настоящее время действует ISO 4787:2010 «Laboratory glassware — Volumetric instruments — Methods for testing of capacity and for use» («Лабораторная стеклянная посуда. Объемные приборы. Методы испытаний вместимости и применения»).

[5)] В настоящее время действует ISO 12937:2000 «Petroleum products — Determination of water — Coulometric Karl Fisher titration method» («Нефтепродукты. Определение воды. Метод кулонометрического титрования по Карлу Фишеру»).

Чашки цапфы и прокладки должны плотно удерживать пробирки во время работы центрифуги. Центрифуга должна быть защищена достаточно прочным металлическим экраном или корпусом для обеспечения безопасности при любой поломке. Температура центрифуги должна регулироваться термостатированием во избежание небезопасных условий и для поддержания температуры образца в течение всего цикла работы на уровне (50 ± 3) °С.

Скорость вращающейся головки, об/мин, вычисляют по формуле (1)

$$\text{об/мин} = 1335\sqrt{rcf/d}, \quad (1)$$

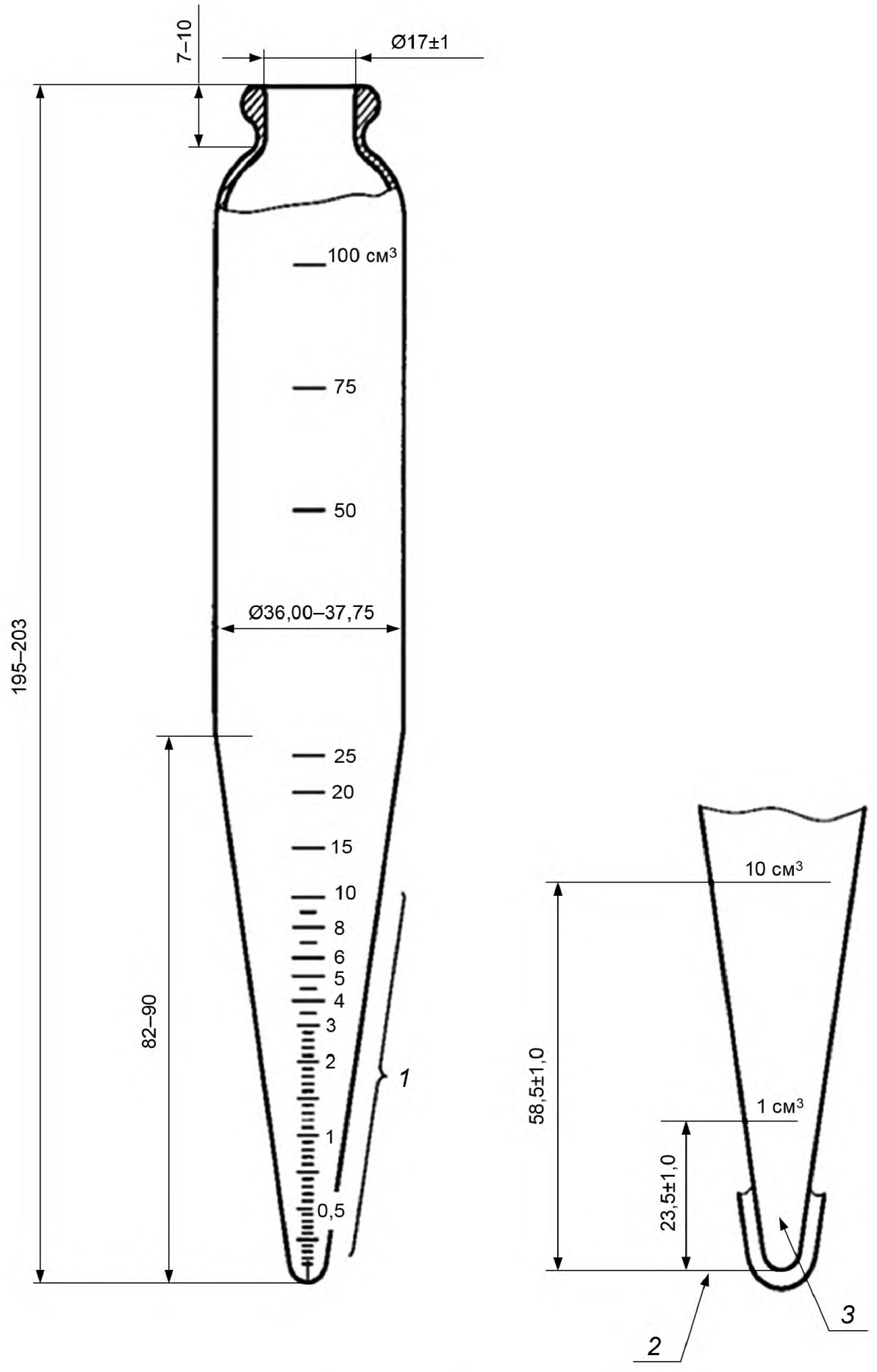
где *rcf* — относительная центробежная сила;

d — диаметр размаха, измеренный между концами противоположных пробирок при вращении, мм.

5.2 Пробирки для центрифугирования

Пробирка для центрифугирования должна иметь коническую форму, номинальную высоту 200 мм, но не более 203 мм, соответствовать размерам, приведенным на рисунке 1, и быть изготовлена из прокаленного стекла с прямыми сторонами конуса. Градуировка и цифры, показанные на рисунке 1, должны быть ясными и четкими, горловина пробирки должна быть сужена для пробки. Допуски на погрешность шкалы и минимальные деления между разными калибровочными отметками приведены в таблице 1. Калибровку выполняют при температуре 20 °С с использованием воды, не содержащей воздуха, показания считывают по нижнему краю заштрихованного мениска. Перед испытанием точность делений на пробирке для центрифуги проверяют по объему в соответствии с ISO 4787.

Поверка должна включать калибровку для отметок 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 50,0 и 100 $см^3$. Пробирку не используют, если погрешность для любой метки превышает допуск из таблицы 1.



1 — стенка конуса (должна быть прямой); *2* — уровень внутренней поверхности дна;
3 — очертания (форма) внутренней поверхности конуса

Рисунок 1 — Пробирка для центрифугирования высотой 200 мм

Таблица 1 — Калибровочные допуски пробирок для центрифуги высотой 200 мм

В кубических сантиметрах

Диапазон	Деление шкалы	Погрешность объема
От 0 до 0,1 включ.	0,05	± 0,02
Св. 0,1 до 0,3 включ.	0,05	± 0,03
Св. 0,3 до 0,5 включ.	0,05	± 0,05
Св. 0,5 до 1,0 включ.	0,10	± 0,05
Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,10	± 0,10
Св. 2,0 до 3,0 включ.	0,20	± 0,10
Св. 3,0 до 5,0 включ.	0,50	± 0,20
Св. 5,0 до 10 включ.	1,00	± 0,50
Св. 10 до 25 включ.	5,00	± 1,00
Св. 25 до 100 включ.	25,00	± 1,00

5.3 Нагревательная баня

Можно использовать металлический нагревательный блок или жидкостную баню, глубина которых обеспечивает погружение пробирки для центрифугирования в вертикальном положении до отметки 100 $см^3$. Нагревательная баня должна быть оснащена устройством для поддержания температуры (50 ± 1) °С или (60 ± 1) °С.

5.4 Термометр

Термометр, обеспечивающий измерение температуры образца с точностью до 1 °С.

6 Отбор проб

Отбор проб приведен в приложении А.

6.1 Общие положения

Отбор проб включает все процедуры, необходимые для получения представительной пробы из трубопровода, резервуара или другой системы и заполнения пробой лабораторного контейнера.

6.2 Лабораторная проба

Используют только представительную пробу, полученную по ISO 3170 и ISO 3171. Перед отбором образца для испытаний, полученную лабораторией пробу гомогенизируют по процедуре, приведенной в приложении А.

7 Проведение испытаний

7.1 Заполняют две пробирки для центрифугирования (5.2) до метки 50 $см^3$ толуолом, насыщенным водой при 50 °С, затем сразу из контейнера с пробой переносят образец в пробирки для центрифугирования до достижения общего объема 100 $см^3$ в каждой пробирке. Снимают показания по верхнему мениску для отметок 50 и 100 $см^3$. Затем, используя пипетку вместимостью 0,2 $см^3$ или автоматическую пипетку, добавляют в каждую пробирку 0,2 $см^3$ раствора деэмульгатора (4.2). Пробирки плотно закрывают пробками и энергично встряхивают до полного перемешивания содержимого. Погружают пробирки на 10 мин в баню с температурой (50 ± 1) °С до метки 100 $см^3$.

7.2 Если в объеме воды и наблюдаемом осадке (7.5) ожидается присутствие парафина, то перед каждым вращением центрифуги нагревают смесь растворителя и нефтепродукта до 60 °С. Конечная температура смеси не должна опускаться ниже 47 °С.

7.3 Переворачивают пробирки, чтобы убедиться, что смесь нефтепродукта и растворителя однородна, и осторожно встряхивают.

7.4 Для балансировки устанавливают пробирки в чашки цапфы на противоположных сторонах центрифуги (5.1) и вращают в течение 10 мин с относительной центробежной силой от 500 до 850 на концах вращающихся пробирок, вычисленной по формуле (1), приведенной в 5.1 (соотношение между диаметром размаха, относительной центробежной силой и числом оборотов в минуту приведено в таблице 2).

Таблица 2 — Скорость вращения для центрифуг с разным диаметром размаха

Диаметр размаха[1)], мм	Обороты в минуту при 500 *rcf*	Обороты в минуту при 800 *rcf*
432	1440	1820
457	1400	1770
483	1360	1720
508	1330	1680
533	1300	1640
559	1270	1600
584	1240	1560
610	1210	1530
[1)] Измеренный в миллиметрах между концами противоположных пробирок в положении вращения.		

7.5 Сразу после остановки центрифуги определяют и регистрируют общий объем воды и осадка (7.2) на дне каждой пробирки с точностью до 0,05 $см^3$ для делений от 0,1 до 1 $см^3$. Для делений ниже 0,1 $см^3$ считывают показания с точностью до 0,025 $см^3$ (рисунок 2). Пробирки без перемешивания возвращают в центрифугу и вращают еще 10 мин с той же скоростью.

7.6 Повторяют данную процедуру до тех пор, пока общий объем воды и осадка не будет оставаться постоянным при двух последовательных определениях. Как правило, требуется не более двух определений.

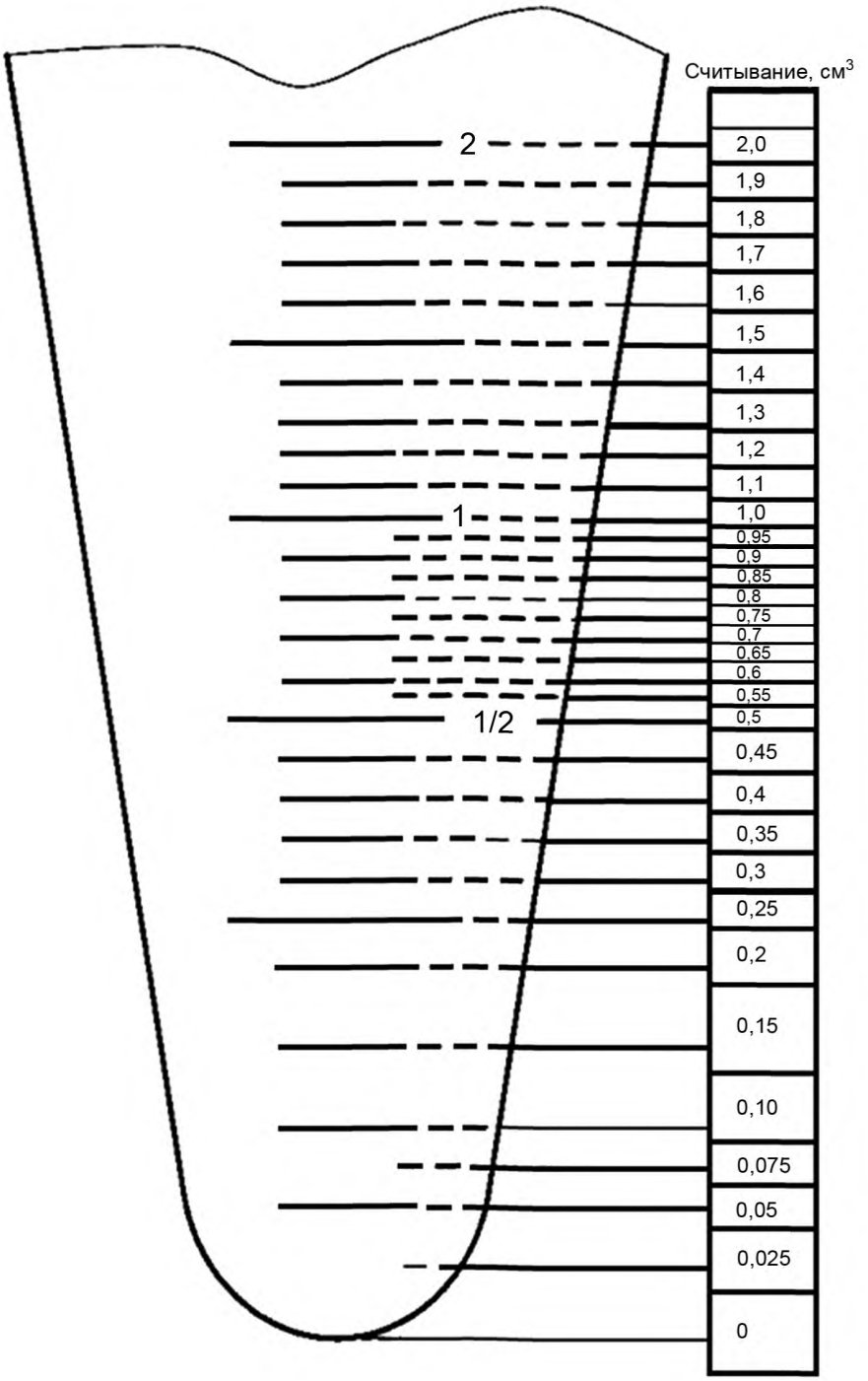


Рисунок 2 — Процедура считывания показаний по воде и осадку на низких уровнях

8 Оформление результатов

Записывают окончательный объем воды и осадка в каждой пробирке и регистрируют сумму двух считываний, как объемный процент осадка и воды, округленных в соответствии с 7.5. Результаты ниже 0,05 % записывают как 0 или 0,05 в зависимости от того, к какому значению они ближе.

9 Прецизионность

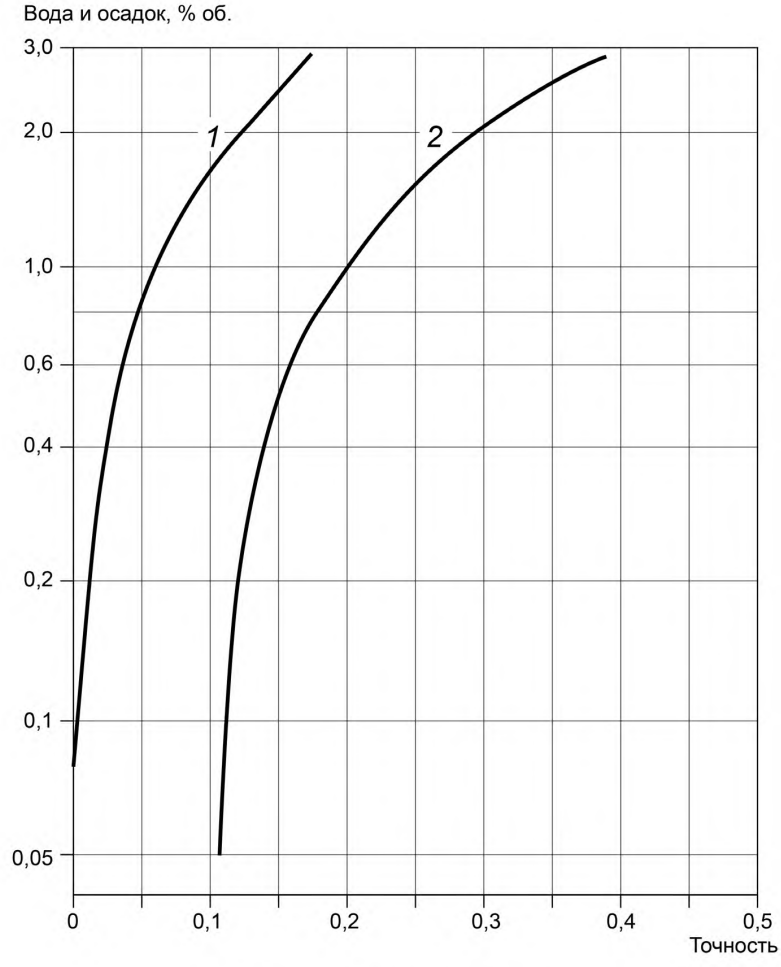
Критерии, приведенные в 9.1 и 9.2, используют для определения приемлемости результатов с 95 %-ной доверительной вероятностью.

9.1 Повторяемость

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные на рисунке 3, только в одном случае из 20.

9.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на номинально идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, может превышать значения, приведенные на рисунке 3, только в одном случае из 20.



1 — повторяемость; *2* — воспроизводимость

Рисунок 3 —Прецизионность

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;

c) результаты испытания (см. раздел 8);

d) наименование и количество используемого деэмульгатора;

e) температуру нагревательной бани;

f) любое отклонение от установленных стандартных процедур;

g) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Обращение с пробами

Примечание — Настоящее приложение воспроизводит инструкции по обращению с пробами по ISO 3170 и ISO 3171.

А.1 Общие положения

А.1.1 Методы обращения с пробами с момента их отбора до момента поступления на лабораторное испытание или хранение разработаны с целью обеспечения сохранности и целостности пробы.

А.1.2 Метод обращения с пробой зависит от цели, для которой была отобрана проба. Часто применяемый метод испытания требует специальной процедуры обращения с пробой. Для этого следует обратиться к соответствующим методам испытаний, чтобы информировать оператора, отбирающего пробу, об инструкции по обращению с пробами. Если применяемые аналитические процедуры имеют противоречивые требования, то отбирают несколько отдельных проб и применяют соответствующую аналитическую процедуру для каждой пробы.

А.1.3 Соблюдают особую осторожность при работе:

a) с жидкостями, содержащими летучие компоненты, т. к. могут произойти потери при испарении;

b) с жидкостями, содержащими воду и/или осадок, т. к. разделение может произойти в контейнере для пробы;

c) с жидкостями, в которых возможно осаждение парафина, если не выдержана соответствующая температура.

А.1.4 При составлении смешанных проб следует соблюдать осторожность для предотвращения потерь легких фракций из летучих жидкостей и изменения содержания воды и осадка. Это сложная процедура и ее следует по возможности избегать.

А.1.5 Пробы летучих жидкостей в месте отбора проб не переносят в другие контейнеры и доставляют в лабораторию в первоначальном контейнере, охлажденном и перевернутом при необходимости. Требуется большая осторожность, если проба содержит одновременно летучие компоненты и свободную воду.

А.2 Гомогенизация образцов

А.2.1 Введение

Для гомогенизации проб, содержащих воду и осадок или другую неоднородность, перед переносом из первоначального контейнера для пробы в меньшие контейнеры или аппараты для лабораторного испытания используют специальные процедуры. Процедуры проверки удовлетворительного перемешивания пробы перед ее переносом приведены в А.3.

Вручную невозможно перемешать пробы жидкостей небольшого объема, содержащие воду и осадок, для равномерного распределения воды и осадка в пробе. Необходимо энергичное механическое или гидравлическое перемешивание для гомогенизации пробы перед ее переносом в меньшие контейнеры.

Гомогенизацию можно осуществить разными методами. Рекомендуется использовать метод, позволяющий получить капли воды размером не более 50 и не менее 1 мкм. Капли воды размером менее 1 мкм образуют устойчивую эмульсию и содержание воды не может быть определено методами центрифугирования.

А.2.2 Гомогенизация с использованием механической мешалки с высоким напряжением сдвига

Размещают механическую мешалку с высоким напряжением сдвига в контейнере для пробы таким образом, чтобы вращающийся элемент находился на расстоянии не более 30 мм от дна контейнера. Подходит мешалка с противоположно вращающимися лопастями со скоростью вращения приблизительно 3000 об/мин (50 $с^{-1}$). Можно использовать мешалки других конструкций, если они обеспечивают удовлетворительное перемешивание.

Записывают температуру пробы перед перемешиванием. Для сведения к минимуму потери легких фракций в сырой нефти или других образцах, содержащих летучие соединения, мешалку оснащают уплотнителем в крышке контейнера для пробы. Пробу перемешивают до полной гомогенизации.

Примечание 1 — Для гомогенизации пробы обычно достаточно перемешивания в течение 5 мин, при этом размер контейнера и состав пробы влияют на время гомогенизации.

Записывают температуру пробы сразу после перемешивания. Если повышение температуры при перемешивания превышает 10 °С, охлаждают пробу и повторяют перемешивание при меньшей мощности.

Примечание 2 — Повышение температуры более чем на 10 °С может привести к уменьшению вязкости, достаточной для осаждения осадка.

Проверяют гомогенность образцов (см. А.3).

Примечание 3 — Применение мешалки с высоким напряжением сдвига часто приводит к образованию устойчивых эмульсий и содержание воды после перемешивания не может быть определено методами центрифугирования.

А.2.3 Циркуляция с внешним перемешивающим устройством

Содержимое постоянно закрепленных или переносных контейнеров прокачивают с помощью небольшого насоса через стационарно установленную мешалку, вмонтированную снаружи в трубопроводе малого диаметра. Для переносных контейнеров используют быстроразъемное соединение. Следуют инструкциям изготовителя при работе с насосом конкретной конструкции и выбранной мощности.

Используют циркулирующий поток, достаточный для перемешивания содержимого не менее одного раза в минуту.

Примечание — Обычно время перемешивания составляет 15 мин, но оно может меняться в зависимости от содержания воды, типа углеводорода и конструкции системы.

Когда вся проба тщательно перемешана и пока работает насос, из крана циркуляционной линии отбирают необходимое количество пробы. Затем освобождают контейнер и тщательно промывают всю систему, прокачивая растворитель до удаления следов углеводорода.

А.3 Проверка времени перемешивания

А.3.1 Если проба остается гомогенной и стабильной после перемешивания (т. е. при полном смешивании компонентов, таких как присадки к смазочным маслам), продолжают процедуру перемешивания до получения одинаковых результатов для последовательных проб, взятых из основной массы образца. Таким образом определяют минимальное время перемешивания.

Примечание — Пробу можно перенести без дальнейшего перемешивания, поскольку к этому времени она будет оставаться гомогенной.

А.3.2 Если проба не остается гомогенной в течение более короткого времени после перемешивания (т. е. если вода и осадок являются частями смеси), то для проверки времени перемешивания используют метод по А.3.3.

Примечание — В зависимости от свойств углеводорода может возникнуть необходимость отбора образца во время перемешивания.

А.3.3 Убеждаются, что проба заполняет контейнер приблизительно на три четверти, гомогенизируют пробу в течение определенного времени и регистрируют это время. В течение этого времени отбирают небольшие порции образца через равные промежутки времени и для каждой из них сразу определяют содержание воды в соответствии с ISO 6296-2*) (в процессе разработки) или ISO 12937. Когда результаты испытаний будут согласовываться, записывают полученное значение как содержание воды в холостом опыте.

Добавляют точно отмеренное количество воды (от 1 % до 2 %), гомогенизируют в течение того же времени, что и для холостого опыта, и отбирают пробы указанным ранее способом. Если результаты определения содержания воды в холостом опыте и количество добавленной воды совпадают, следует повторить опыт с добавление точно отмеренного количества воды от 1 % до 2 %. Если результаты продолжают давать хорошее совпадение, то считают время перемешивания правильным.

Если результаты не показывают совпадения (в пределах повторяемости метода), их следует забраковать. В таком случае следует вернуться к началу процедуры и провести перемешивание в течение более длительного времени.

А.3.4 При данной системе перемешивания не следует определять содержание воды методом центрифугирования или методом дистилляции по ISO 3733, т. к. эти методы не позволяют определить общее содержание воды.

А.4 Перемещение проб

А.4.1 Если контейнер для пробы не является портативным или неудобно переносить пробы непосредственно из контейнера в лабораторный испытательный аппарат, то перемещают представительную пробу в переносной контейнер для транспортирования в лабораторию.

А.4.2 На каждой стадии переноса пробы необходимо гомогенизировать содержимое контейнера, из которого отбирают образец, используя один из методов, указанных в А.2.

А.4.3 Проверяют время перемешивания каждой комбинации контейнер — мешалка одним из методов, указанных в А.3.

А.4.4 Выполняют перенос пробы в течение короткого периода времени, пока смесь является гомогенной и стабильной. Не следует тратить более 20 мин для завершения переноса пробы.

---

*) В настоящее время действует ISO 6296:2000 «Petroleum product. Determination of water. Potentiometric Karl Fischer titration method» («Нефтепродукты. Определение воды. Потенциометрический метод титрования Карла Фишера»).

Приложение В
(обязательное)

Процедура насыщения толуола водой

В.1 Общие положения

На рисунке В.1 показано, что вода в значительной степени растворяется в толуоле. Процентное содержание растворенной воды увеличивается при увеличении температуры приблизительно от 0,03 % об. при 21 °С до 0,17 % об. при 70 °С. Толуол обычно поставляют достаточно сухим. Если использовать толуол непосредственно после поставки, он растворит часть или даже всю воду, присутствующую в образце. Это приведет к уменьшению содержания осадка и воды в образце. Для точного определения воды и осадка в образце методом центрифугирования толуол предварительно насыщают водой при температуре испытания.

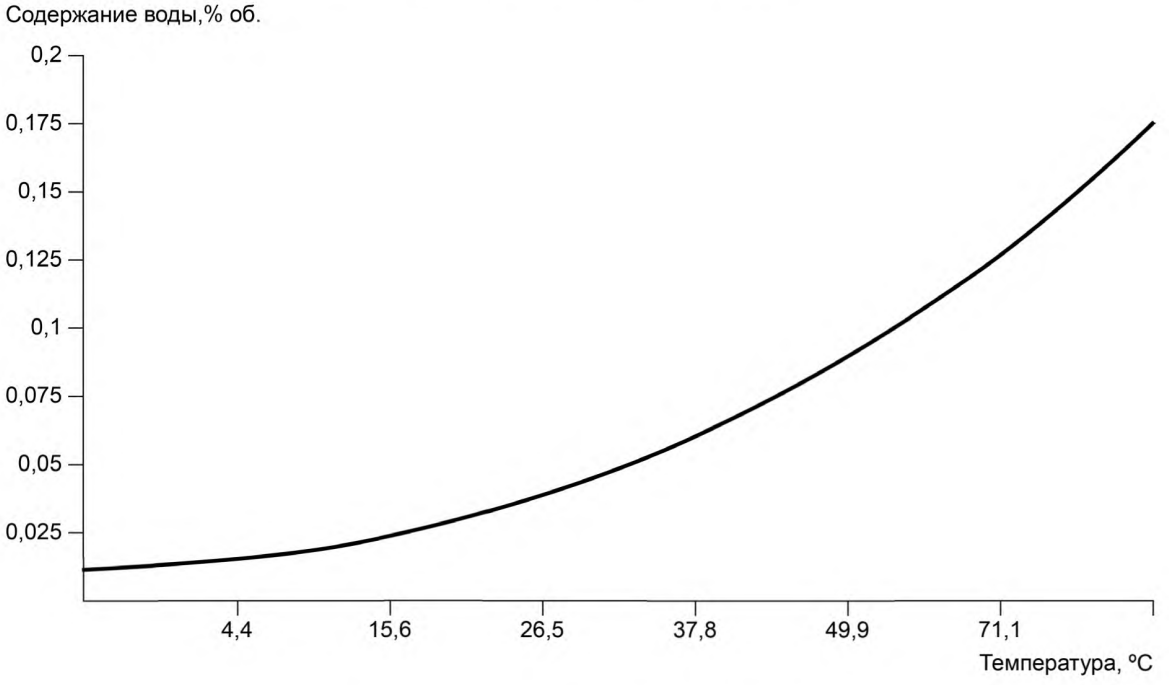


Рисунок В.1 — Растворимость воды в толуоле

В.2 Материалы

В.2.1 Толуол (см. 4.1 настоящего стандарта).

В.2.2 Вода дистиллированная или водопроводная.

В.3 Аппаратура

В.3.1 Жидкостная нагревательная баня

Жидкостная нагревательная баня, глубина которой достаточна для погружения бутылки вместимостью 1 $дм^3$ до заплечиков, обеспечивающая поддержание температуры (50 ± 3) °С. Баня должна быть оснащена средством измерения температуры. Она должна также обеспечивать возможность поддержания температуры (60 ± 3) °С или должна быть предусмотрена другая баня тех же размеров, обеспечивающая такую возможность.

В.3.2 Стеклянная бутылка

Стеклянная бутылка вместимостью 1 $дм^3$ с завинчивающейся крышкой.

В.4 Процедура

В.4.1 Устанавливают температуру нагревательной бани 50 °С или 60 °С в соответствии с условиями, приведенными в 7.1 или 7.2 настоящего стандарта. Поддерживают температуру бани в пределах ± 3 °С.

В.4.2 Помещают в стеклянную бутылку от 700 до 800 $см^3$ толуола. Добавляют 25 $см^3$ воды. Завинчивают крышку бутылки и энергично встряхивают в течение 30 с.

В.4.3 Слегка откручивают крышку и помещают бутылку в баню на 30 мин. Извлекают бутылку, плотно закрывают крышку и осторожно встряхивают 30 с.

В.4.4 Повторяют процедуру по В.4.3 три раза.

В.4.5 Перед использованием выдерживают бутылку со смесью вода-толуол в бане 48 ч. Это обеспечивает достижение полного равновесия между толуолом и нерастворенной водой, а также завершение насыщения водой при заданной температуре. При необходимости следует использовать насыщенный водой толуол до завершения установления равновесия (48 ч), следует поместить его в пробирки для центрифугирования и центрифугировать на том же самом оборудовании и при той же самой относительной центробежной силе и той же температуре, что и в разделе 7 настоящего стандарта. Аккуратно пипеткой отбирают толуол из пробирки для центрифугирования, чтобы не затронуть слой воды, которая может быть на дне пробирки.

В.4.6 Насыщение толуола водой зависит от времени и температуры. Следует постоянно держать бутылки со смесью вода-толуол в бане при температуре испытаний, чтобы был постоянно доступен насыщенный водой растворитель.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3170:1988	—	*
ISO 3171:1988	—	*
ISO 3733	IDT	ГОСТ ISO 3733—2013 «Нефтепродукты и битуминозные материалы. Определение воды дистилляцией»
ISO 3735	—	*
ISO 4787:1984	—	*
ISO 5272:1979	—	*
ISO 12937	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 665.754:543.612:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: остаточные жидкие топлива, определение содержания воды и осадка, метод центрифугирования

БЗ 8—2016/15

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 05.04.2017. Подписано в печать 24.04.2017. Формат 60 ×84$^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 34 экз. Зак. 675.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru