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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
2477—
2014**

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения содержания воды

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

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

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

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

За принятие проголосовали:

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

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

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2477—65

6 ИЗДАНИЕ (март 2018 г.) с Изменением № 1 (ИУС 1—2018), Поправкой (ИУС 2—2016)

Изменение № 1 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 102-П от 30.08.2017).

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 13509.

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AM, BY, KG, UZ, KZ, TJ, UA, RU [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004].

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, 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

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2018—01—01.

© Стандартинформ, 2018

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

75 ДОБЫЧА И ПЕРЕРАБОТКА НЕФТИ, ГАЗА И СМЕЖНЫЕ ПРОИЗВОДСТВА

МКС 75.080

Поправка к ГОСТ 2477—2014 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2. Нормативные ссылки	**(Измененная редакция, Изм. № 2).**	**(Измененная редакция, Изм. № 1)**.

(ИУС № 10 2018 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения содержания воды

Petroleum and petroleum products. Method for determination of water content

Дата введения —2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воды в нефтепродуктах (в том числе пластичных смазках, парафинах, церезинах, восках, гудронах и битумах) и нефти.

Стандарт не распространяется на битумные эмульсии.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 4095—75 Изооктан технический. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9410—78 Ксилол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 12433—83 Изооктаны эталонные. Технические условия

ГОСТ 14710—78 Толуол нефтяной. Технические условия

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

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Раздел 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3 Сущность метода

Испытуемые нефтепродукт или нефть нагревают в колбе с холодильником в присутствии не смешивающегося с водой растворителя, который перегоняется вместе с водой, находящейся в образце.

Издание официальное

Конденсированный растворитель и вода постоянно разделяются в ловушке, причем вода остается в градуированном отсеке ловушки, а растворитель возвращается в дистилляционный сосуд.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4 Реактивы и материалы

4.1 Используют следующие безводные растворители:

- ксилол нефтяной марки А по ГОСТ 9410;
- толуол нефтяной по ГОСТ 14710;
- изооктаны эталонные по ГОСТ 12433 или изооктан технический по ГОСТ 4095;
- бензин-растворитель для резиновой промышленности — нефрас $С_2$ — 80/120;
- нефтяные дистилляты с пределами кипения от 100 °С до 200 °С и от 100 °С до 140 °С.

Растворитель выбирают в зависимости от испытуемых продуктов в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Растворитель для нефтепродукта

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

Для каждой новой партии растворителя проводят проверку на отсутствие содержания воды в соответствии с настоящим методом, поместив в аппарат для перегонки такое количество растворителя, которое участвует в испытании образца, и проводят операции, приведенные в 8.4—8.8. При обнаружении воды растворитель обезвоживают любым способом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

4.4 Ацетон по ГОСТ 2603 или по ГОСТ 2768.

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

Допускается применять реактивы квалификации не ниже указанной в настоящем стандарте.

5 Аппаратура

5.1 **(Исключен, Изм. № 1).**

5.2 При определении содержания воды можно также применять:

- аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах со стеклянным дистилляционным сосудом (аппарат АКОВ). Для сборки аппарата допускается использовать колбы типа К-1-500-29/32 ТС, К-1-1000-29/32 ТС, К-1-2000-45/40 ТС по ГОСТ 25336;
- холодильник типа ХПТ по ГОСТ 25336 с длиной кожуха не менее 300 мм;
- палочку стеклянную длиной примерно 500 мм с резиновым наконечником или металлическую проволоку такой же длины с утолщением на конце;
- приемники-ловушки номинальной вместимостью 25 $см^3$ (при ожидаемом содержании воды более 10 $см^3$), оснащенные запорным краном; номинальной вместимостью 2; 5 и 10 $см^3$. Для испытаний образцов нефти используют ловушки с наименьшей ценой деления в начале шкалы (до 0,3 $см^3$) не более 0,03 $см^3$;
- чашку фарфоровую № 4 или 5 по ГОСТ 9147;
- цилиндры и пробирки мерные стеклянные по ГОСТ 1770;
- электрическое нагревательное устройство для нагрева дистилляционного сосуда;
- секундомер;
- весы лабораторные с пределами допускаемой погрешности не более ± 0,01 г.

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

Раздел 6. **(Исключен, Изм. № 1).**

7 Отбор проб и подготовка к испытанию

7.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873.
(Поправка, ИУС 2—2016).

7.2 Подготовка пробы

7.2.1 Пробу жидких испытуемых нефти или нефтепродукта хорошо перемешивают пятиминутным встряхиванием в пробоотборной емкости (контейнере, бутылке, канистре и т. д.), заполненной не более чем на 3/4 вместимости. Вязкие и парафинистые нефти или нефтепродукты предварительно нагревают до температуры 40 °С—50 °С.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.3 Количество отбираемого образца для испытания зависит от предполагаемого содержания воды так, чтобы объем воды не превышал вместимость ловушки (если используют ловушку с краном, то избыток воды можно слить в мерный цилиндр или градуированную пробирку).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.4 **(Исключен, Изм. № 1).**

7.5 Подготовка оборудования

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8 Проведение испытания

8.1 При испытании нефтепродуктов в дистилляционный сосуд (колбу) вводят (100,00 ± 1,00) $см^3$ или (100,00 ± 1,00) г образца.

При испытании нефтепродуктов массу или объем образца допускается выбирать таким образом, чтобы объем отогнанной воды не превышал номинальной вместимости ловушки.

Жидкие нефтепродукты отмеряют по объему мерным цилиндром так, чтобы не допустить захвата воздуха. При необходимости рассчитывают массу нефтепродукта. Затем тщательно смывают продукт со стенок цилиндра однократно 50 $см^3$ растворителя (выбранного в соответствии с таблицей 1) и двумя порциями растворителя по 25 $см^3$, то есть общим объемом растворителя, равным 100 $см^3$.

Твердые или вязкие нефтепродукты взвешивают непосредственно в дистилляционном сосуде (колбе).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.2 При испытании нефти количество нефти и объем растворителя для испытаний выбирают в соответствии с таблицей 2, исходя из ожидаемого содержания воды в образце нефти.

Таблица 2 — Значение массы или объема образца нефти (рекомендуемое)

Ожидаемая массовая или объемная доля воды в образце, %	Объем нефти, $см^3$	Масса нефти, г	Объем растворителя, $см^3$
До 5,0 включ.	100,0 ± 0,5	100,00 ± 1,00	100,0
От 5,0 до 10,0 включ.	50,0 ± 0,5	50,00 ± 0,50	150,0
Св. 10,0 до 25,0 включ.	20,0 ± 0,5	20,00 ± 0,20	180,0
Св. 25,0	10,0 ± 0,5	10,00 ± 0,10	190,0

Образец нефти отбирают в мерный цилиндр до требуемого объема медленно, чтобы не допустить захвата воздуха, и переносят в перегонную колбу, промывая порциями растворителя, общий объем которого должен соответствовать таблице 2.

При отборе образца нефти по массе растворитель, в соответствии с таблицей 2, добавляют непосредственно в колбу.

8.3 **(Исключен, Изм. № 1).**

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

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

Трубка холодильника и ловушка должны быть чистыми и сухими. Верхний конец холодильника закрывают неплотным ватным тампоном для предотвращения конденсации атмосферной влаги внутри трубки холодильника. Включают приток холодной воды в кожух холодильника.

Примечание — Скошенный конец отводной трубки приемника-ловушки должен опускаться в колбу на 1—20 мм, а нижний край косо срезанного конца трубки холодильника должен находиться напротив середины отводной трубки.

8.4, 8.5 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

8.6 **(Исключен, Изм. № 1).**

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

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

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

8.6.2 В начале перегонки образец нефти нагревают медленно для исключения пульсирующего кипения и возможной потери воды из системы. Дистиллят должен поступать в ловушку со скоростью 2—5 капель в секунду. Перегонку нефти завершают, когда объем воды в ловушке не будет увеличиваться и верхний слой растворителя в ловушке станет совершенно прозрачным. Время перегонки должно быть не менее 30 мин и не более 60 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.7 Если в конце перегонки нефти или нефтепродукта в трубке холодильника задерживаются капли воды, их смывают растворителем, повышая на короткое время интенсивность кипения. Если эта процедура не позволяет удалить капли воды со стенок, их сталкивают в ловушку стеклянной палочкой или металлической проволокой или используют тефлоновый фторуглеродный скребок, остроконечную палочку или другое приспособление для перемещения воды в ловушку.

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

Если в приемнике-ловушке со шкалой 25 $см^3$ содержится более 25 $см^3$ воды, излишки сливают в градуированную пробирку или мерный цилиндр.

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

Записывают объем воды в ловушке с точностью до ближайшего верхнего деления шкалы используемой ловушки.

8.7, 8.8 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

8.9 **(Исключен, Изм. № 1).**

9 Обработка результатов

9.1 Массовую (X) или объемную (X_1) долю воды в нефтепродуктах или нефти, %, вычисляют по формулам:

$$X = \frac{V_0}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

$$X_1 = \frac{V_0}{V} \cdot 100, \quad (2)$$

$$X_1 = \frac{V_0}{m/d} \cdot 100, \quad (3)$$

где V_0 — объем воды в приемнике-ловушке, см^3;

m — масса испытуемого образца, г;

V — объем образца, см^3;

d — плотность образца, г/см^3.

Примечание — Для упрощения вычисления плотность воды при комнатной температуре принимают за 1 г/см^3, а числовое значение объема воды в см^3 — за числовое значение массы воды в г; при массе нефти или нефтепродукта (100,00 ± 0,10) г за массовую долю воды принимают объем воды, собравшийся в приемнике-ловушке, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.2 **(Исключен, Изм. № 1).**

9.3 За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух определений (см. раздел 10).

При испытаниях нефтепродуктов расчеты проводят с точностью до второго десятичного знака и округляют до одного десятичного знака.

При испытании нефти с использованием приемников-ловушек вместимостью 5 см^3 расчеты проводят с точностью до третьего десятичного знака, затем результаты округляют до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

При затруднениях в визуальной оценке содержания воды ее наличие определяют с помощью водорастворимого индикатора, например тимолового синего, несколько кристаллов которого вносят в приемник-ловушку. Изменение цвета содержимого приемника-ловушки указывает на наличие воды.

(Исключен, Изм. № 1).

10 Прецизионность

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

10.1.1 Повторяемость *r*

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

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

10.1.2 Воспроизводимость *R*

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

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

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

При испытании нефти с использованием приемника-ловушки объемом 10 $см^3$ с наименьшей ценой деления 0,03 $см^3$ допускается проведение расчетов как для нефтепродуктов (9.3) и использование показателей прецизионности, приведенных в 10.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

10.2.1 Повторяемость *r*

Разность между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, может превышать указанные на рисунке 1 значения для диапазона содержания воды от 0,0 % до 0,1 % только в одном случае из двадцати.

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

10.2.2 Воспроизводимость *R*

Разность между двумя отдельными и независимыми результатами испытания, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытания, может превышать указанные на рисунке 1 значения для диапазона содержания воды от 0,0 % до 0,1 % только в одном случае из двадцати.

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

10.1.1, 10.2.2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

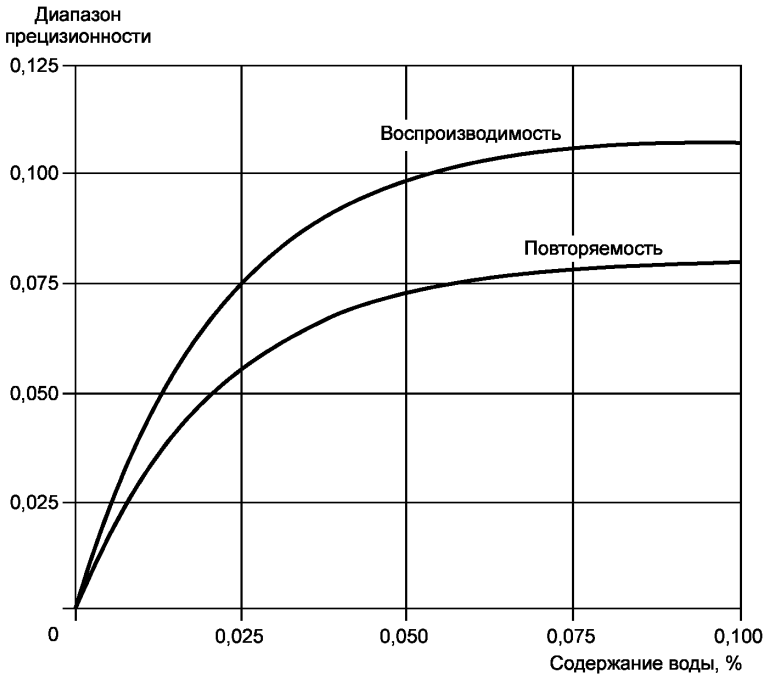

Рисунок 1 — Прецизионность метода определения воды в нефти в пределах от 0,0 % до 0,1 %

УДК 665.61 + 665.71:543.613.22:542.48:006.354 МКС 75.080 NEQ

Ключевые слова: нефть и нефтепродукты, метод определения содержания воды

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 20.03.2018. Подписано в печать 30.03.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru