



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

ГОСТ 2477-65

(Измененная редакция, Изм. № 3)

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения содержания воды

Petroleum and petroleum products.
Method for the determination of content

ГОСТ
2477-65

(Измененная редакция, Изм. № 3)

Дата введения 01.01.66

Настоящий стандарт устанавливает метод определения воды в нефти, жидких нефтепродуктах, пластичных смазках, парафинах, церезинах, восках, гудронах и битумах.

Сущность метода состоит в нагревании пробы нефтепродукта с нерастворимым в воде растворителем и измерении объема сконденсированной воды.

Стандарт не распространяется на битумные эмульсии.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

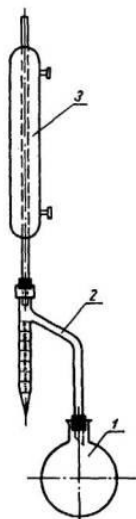
СОДЕРЖАНИЕ

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ
2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ
3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ
4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ
ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

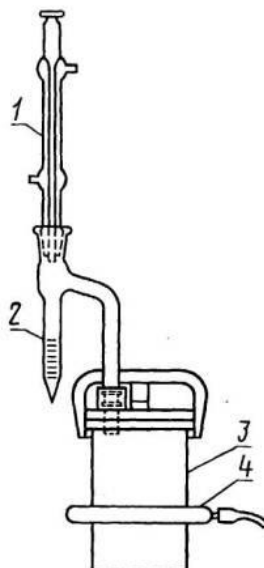
1.1. При количественном определении содержания воды в нефтепродуктах применяются следующая аппаратура, реактивы и материалы:

аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах (черт. 1).



Черт. 1

Допускается применять колбы типа К-1-500-29/32 ТС, К-1-1000-29/32 ТС, К-1-2000-45/40 ТС с переходом П1-2-45/40-29/32 ТС по ГОСТ 25336 или металлический дистилляционный сосуд вместимостью 500, 1000, 2000 см³ (черт. 2);



1 - холодильник водный; 2 - приемник-ловушка; 3 - сосуд дистилляционный; 4 - горелка газовая

Черт. 2

приемники-ловушки:
со шкалой 25 см³ (при ожидаемом содержании воды более 25 см³), оснащенный запорным краном;
со шкалой 10 см³ и 2 см³;
приемник-ловушка со шкалой 5 см³, с ценой деления 0,1 см³ и погрешностью не более 0,05 см³;
чашка фарфоровая № 4 или 5 по ГОСТ 9147;
цилиндр измерительный номинальной вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770;
горелка газовая или электрическое нагревательное устройство.

Для металлического дистилляционного сосуда применяют круговую газовую горелку с отверстиями по внутренней окружности. Размеры горелки должны позволять ее перемещение вверх и вниз вдоль дистилляционного сосуда во время испытания продуктов, склонных к пенообразованию или застыванию в дистилляционном сосуде;

холодильник типа ХПТ с длиной кожуха не менее 300 мм по ГОСТ 25336;

палочка стеклянная длиной около 500 мм с резиновым наконечником или металлическая проволока такой же длины с утолщением на конце;

растворители безводные углеводородные:

- толуол по ГОСТ 5789-78 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710-78;
- ксилол нефтяной по ГОСТ 9410-78;
- изооктаны эталонные по ГОСТ 12433-83 или изооктан технический по ГОСТ 4095-75;
- бензин-растворитель для резиновой промышленности - нефрас С₂-80/120;
- нефтяные дистилляты с пределами кипения от 100 до 200 °С и от 100 до 140 °С;
- секундомер.

Допускается применять реактивы квалификации не ниже указанной в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

(Измененная редакция, Изм. № 3)

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Отбор и подготовка проб - по ГОСТ 2517 со следующими дополнениями:

пробу испытуемого жидкого нефтепродукта хорошо перемешивают пятиминутным встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на $\frac{3}{4}$ емкости. Вязкие и парафинистые нефтепродукты предварительно нагревают до 40-50 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. С поверхности образца испытуемой смазки шпателем снимают и отбрасывают верхний слой не менее 10 мм, затем в нескольких местах (не менее трех) не вблизи стенок сосуда берут пробы примерно в равных количествах. Пробы складывают вместе в фарфоровую чашку и тщательно перемешивают.

2.3. Испытуемые образцы парафина, церезина, восковых составов и битума (взятые из разных мест) нарезают в мелкую стружку. Хрупкие, твердые пробы дробят и тщательно перемешивают.

2.4. Дистилляционный сосуд, приемник-ловушку и внутреннюю трубку холодильника промывают последовательно нефрасом, ацетоном, водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат. При загрязнении стеклянные части прибора промывают хромовой смесью, водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

В дистилляционную колбу вводят 100 см³ или 100 г пробы с погрешностью не более 1 %. При применении приемника-ловушки со шкалой 10 см³ количество испытуемого образца (в зависимости от содержания воды) уменьшают так, чтобы объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, не превышал 10 см³.

Затем цилиндром отмеривают в колбу 100 см³ растворителя в соответствии с табл. 1, тщательно перемешивают содержимое колбы до полного растворения испытуемого нефтепродукта и прибавляют в колбу несколько кусочков неглазурованного фаянса или фарфора, или несколько капилляров, или 1-2 г олеина, или несколько капель силиконовой жидкости.

Маловязкие нефтепродукты (керосин, дизельное топливо) допускается брать в колбу по объему.

В этом случае отмеряют цилиндром 100 см³ испытуемого продукта и выливают в колбу. Продукт смывают со стенок цилиндра в колбу однократно 50 см³ растворителя и два раза по 25 см³.

Для нефтепродуктов с низким содержанием воды количество растворителя может превышать 100 см³. Навеска нефтепродукта в граммах при этом будет равна произведению его объема на плотность в г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

(Измененная редакция, Изм. № 3)

Таблица 1

Растворитель	Испытуемый нефтепродукт
Толуол или ксилол Нефтяной дистиллят с пределами кипения от 100 до 200 °С или от 100 до 140 °С; толуол или ксилол Нефтяной дистиллят с пределами кипения от 100 до 140 °С или изооктан, или нефрас	Битумы, битуминозные нефти, асфальты, гудроны, тяжелые остаточные котельные топлива Нефть, жидкие битумы, мазуты, смазочные масла, нефтяные сульфонаты и другие нефтепродукты Пластичные смазки

(Измененная редакция, Изм. № 3)

2.5. Аппаратуру собирают так, чтобы обеспечить герметичность всех соединений и исключить утечку пара и проникание посторонней влаги.

Вместимость дистилляционного сосуда и приемника-ловушки выбирают в зависимости от предполагаемого содержания воды в пробе.

При использовании металлического дистилляционного сосуда со сменной крышкой между корпусом дистилляционного сосуда и его крышкой должна быть прокладка или твердая, пропитанная растворителем, бумага.

Верхний конец холодильника закрывают неплотным ватным тампоном во избежание конденсации атмосферной влаги внутри трубки холодильника. Включают приток холодной воды в кожух холодильника.

Узкогорлую колбу 1 (см. чертёж 1) соединяют непосредственно при помощи шлифа, а широкогорлую при помощи перехода и шлифов с отводной трубкой чистого и сухого приемника-ловушки 2. К приемнику-ловушке присоединяют при помощи шлифа очищенный ватой холодильник 3.

При отсутствии аппарата с нормальными шлифами соединения производят посредством корковых пробок. В этом случае срезанный конец отводной трубки приемника-ловушки должен опускаться в колбу на 1-20 мм, а нижний край косо срезанного конца трубки холодильника должен находиться против середины отводной трубки. Во избежание пропуска паров корковые пробки заливают коллодием.

2.6. При резкой разнице между температурой в комнате и температурой воды, поступающей в холодильник, верхний конец трубки холодильника следует закрывать ватой во избежание конденсации атмосферной влаги внутри трубки холодильника.

2.3-2.6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Включают нагреватель, содержимое колбы доводят до кипения и далее нагревают так, чтобы скорость конденсации дистиллята в приемник была от 2 до 5 капель в 1 с.

Металлический дистилляционный сосуд нагревают при положении горелки около 75 мм под дном дистилляционного сосуда. Горелку постепенно поднимают и следят за скоростью дистилляции, которая не должна превышать 5 капель в 1 с.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Если под конец перегонки в трубке холодильника задерживаются капли воды, то их смывают растворителем, увеличив для этого на непродолжительное время интенсивность кипячения.

3.3. Перегонку прекращают, как только объем воды в приемнике-ловушке не будет увеличиваться и верхний слой растворителя станет совершенно прозрачным. Время перегонки должно быть не менее 30 и не более 60 мин.

Оставшиеся на стенках трубки холодильника капельки воды сталкивают в приемник-ловушку стеклянной палочкой или металлической проволокой.

3.4. После того, как колба охладится, а растворитель и вода в приемнике-ловушке примут температуру воздуха в комнате, аппарат разбирают и сталкивают стеклянной палочкой или проволокой капельки воды со стенок приемника-ловушки.

Если в приемнике-ловушке со шкалой 25 см³ собралось более 25 см³ воды, то излишки выпускают в градуированную пробирку.

Если в приемнике-ловушке собралось небольшое количество воды (до 0,3 см³) и растворитель мутен, то приемник-ловушку помешают на 20-30 мин в горячую воду для осветления и снова охлаждают до комнатной температуры.

Затем записывают объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, с точностью до одного верхнего деления занимаемой водой части приемника-ловушки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую (X) или объемную (X_1) долю воды в процентах вычисляют по формулам

$$X = \frac{V_0}{m} \cdot 100;$$

$$X_1 = \frac{V_0}{V} \cdot 100,$$

где V_0 - объем воды в приемнике-ловушке, см³;

m - масса пробы, г;

V - объем пробы, см³.

Примечание. Для упрощения вычисления плотность воды при комнатной температуре принимают за 1 г/см³, а числовое значение объема воды в см³ - за числовое значение массы воды в г; при массе нефтепродукта (100±0,1) г за массовую долю воды принимают объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, в см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

Результат испытания округляют с точностью до 0,1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Объем воды в приемнике-ловушке 0,03 см³ и меньше считается следами.

Отсутствие воды в испытуемом нефтепродукте определяется состоянием, при котором в нижней части приемника-ловушки не видно капель воды.

В сомнительных случаях наличие воды проверяется методом потрескивания. Для этого испытуемый нефтепродукт (кроме дизельного топлива) нагревают до 150 °С в пробирке, помещенной в масляную баню. При этом отсутствием воды считается случай, когда не слышно потрескивания.

При испытании дизельных топлив 10 см³ испытуемого продукта при температуре окружающей среды наливают в сухую пробирку вместимостью 25 см³ и осторожно нагревают на спиртовке. Отсутствием воды считается случай, когда не слышно потрескивания; при однократном потрескивании испытание повторяют. При повторном испытании дизельного топлива даже однократное потрескивание свидетельствует о присутствии воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

(Измененная редакция, Изм. № 3)

4.4. Точность метода при использовании приемника-ловушки 10 и 25 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.1. *Сходимость*

Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает:

0,1 см³ - при объеме воды, меньшем или равном 1,0 см³;

0,1 см³ или 2 % от среднего значения объема (в зависимости от того, какая из этих величин больше) - при объеме воды более 1,0 см³.

4.4.2. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает:

0,2 см³ - при объеме воды, меньшем или равном 1,0 см³;

0,2 см³ или 10 % от среднего значения объема (в зависимости от того, какая из этих величин больше) - при объеме воды свыше 1,0 см³ до 10 см³;

5 % от величины среднего результата - при объеме воды более 10 см³.

4.4.1, 4.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Е.М. Никоноров, д-р хим. наук; **В.В. Булатников**, канд. техн. наук; **В.Л. Милованов**, канд. техн. наук; **И.Е. Жалнин** (руководители темы); **Т.Г. Скрябина**, канд. техн. наук; **Л.А. Садовникова**, канд. техн. наук; **Л.Г. Нехамкина**, канд. хим. наук; **Т.В. Еремина**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР от 26.06.65

3. В стандарт введен международный стандарт ИСО 3733-76

(Измененная редакция, Изм. № 3)

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1044-41 и ГОСТ 2477-44

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770-74	1.1	ГОСТ 9147-80	1.1
ГОСТ 2517-85	2.1	ГОСТ 9410-78	1.1
ГОСТ 2603-79	1.1	ГОСТ 12433-83	1.1
ГОСТ 2768-84	1.1	ГОСТ 14710-78	1.1
ГОСТ 4095-75	1.1	ГОСТ 25336-82	1.1
ГОСТ 5789-78	1.1	ГОСТ 26432-85	4.3

6. Ограничение срока действия снято по Протоколу 3-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1982 г., марте 1989 г. (ИУС 7-82, 5-89)