

ГОСТ 2477—65

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ****Метод определения содержания воды****ГОСТ
2477—65**Petroleum and petroleum products.
Method for determination of water contentМКС 75.080
ОКСТУ 0209Дата 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).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах (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);

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;

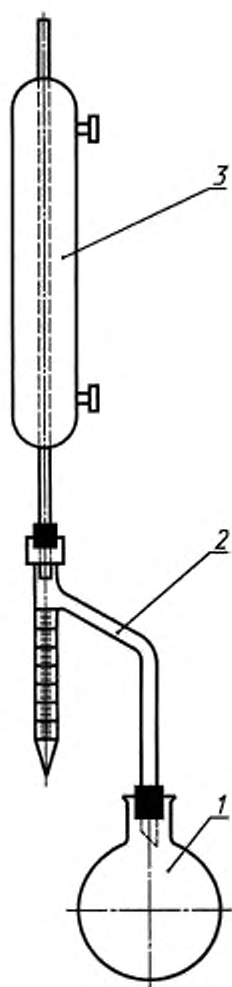
чашка фарфоровая № 4 или 5 по ГОСТ 9147;

цилиндр измерительный номинальной вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770;

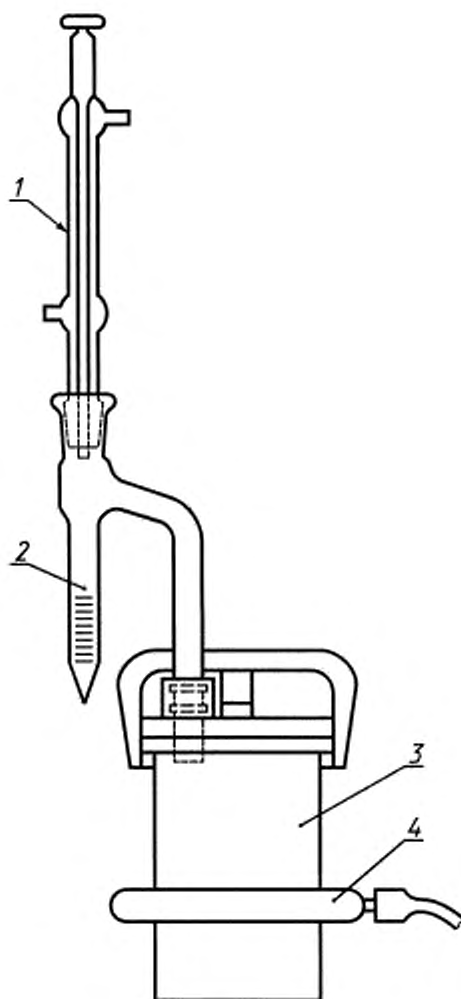
горелка газовая или электрическое нагревательное устройство.

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;





Черт. 1



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

Черт. 2

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 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710;

- ксилол нефтяной по ГОСТ 9410;

- изооктаны эталонные по ГОСТ 12433 или изооктан технический по ГОСТ 4095;

- бензин-растворитель для резиновой промышленности — нефрас $C_2-80/120$;

- нефтяные дистилляты с пределами кипения от 100 °С до 200 °С и от 100 °С до 140 °С;

пемза или неглазурованные фаянс и фарфор, или запаянные с одного конца стеклянные капилляры, или олеин, или силиконовая жидкость;

хромовая смесь;
дистиллированная вода;
ацетон по ГОСТ 2603 или ГОСТ 2768;
секундомер.

Допускается применять реактивы квалификации не ниже указанной в настоящем стандарте.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 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 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ — $50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

(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 см^3 или 100 г пробы с погрешностью не более 1 %. При применении приемника-ловушки со шкалой 10 см^3 количество испытуемого образца (в зависимости от содержания воды) уменьшают так, чтобы объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, не превышал 10 см^3 .

Затем цилиндром отмеривают в колбу 100 см^3 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.

Таблица 1

| Растворитель | Испытуемый нефтепродукт |
|--|---|
| Толуол или ксилол | Битумы, битуминозные нефти, асфальты, гудроны, тяжелые остаточные котельные топлива |
| Нефтяной дистиллят с пределами кипения от $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ или от $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $140\text{ }^{\circ}\text{C}$; толуол или ксилол | Нефть, жидкие битумы, мазуты, смазочные масла, нефтяные сульфаты и другие нефтепродукты |
| Нефтяной дистиллят с пределами кипения от $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ или изооктан, или нефрас | Пластичные смазки |

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

В этом случае отмеряют цилиндром 100 см^3 испытуемого продукта и выливают в колбу. Продукт смывают со стенок цилиндра в колбу однократно 50 см^3 растворителя и два раза по 25 см^3 .

Для нефтепродуктов с низким содержанием воды количество растворителя может превышать 100 см^3 . Навеска нефтепродукта в граммах при этом будет равна произведению его объема на плотность в $\text{г}/\text{см}^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 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 кожу 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 мутный, то приемник-ловушку помещают 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/см^3 , а числовое значение объема воды в см^3 — за числовое значение массы воды в г; при массе нефтепродукта $(100 \pm 0,1) \text{ г}$ за массовую долю воды принимают объем воды, собранной в приемнике-ловушке, в см^3 .

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух определений. Результат испытания округляют с точностью до $0,1 \%$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Объем воды в приемнике-ловушке $0,03 \text{ см}^3$ 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 $150 \text{ }^\circ\text{C}$ в пробирке, помещенной в масляную баню. При этом отсутствием воды считается случай, когда не слышно потрескивания.

При испытании дизельных топлив 10 см^3 испытуемого продукта при температуре окружающей среды наливают в сухую пробирку вместимостью 25 см^3 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, 3).

4.4. Точность метода при использовании приемника-ловушки 10 и 25 см^3

(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:

$0,1 \text{ см}^3$ — при объеме воды, меньшем или равном $1,0 \text{ см}^3$;

$0,1 \text{ см}^3$ или 2% среднего значения объема (в зависимости от того, какая из этих величин больше) — при объеме воды более $1,0 \text{ см}^3$.

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:

$0,2 \text{ см}^3$ — при объеме воды, меньшем или равном $1,0 \text{ см}^3$;

$0,2 \text{ см}^3$ или 10% среднего значения объема (в зависимости от того, какая из этих величин больше) — при объеме воды свыше $1,0 \text{ см}^3$ до 10 см^3 ;

5% величины среднего результата — при объеме воды более 10 см^3 .

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР от 26.06.65

Изменение № 3 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 5 от 01.07.2002, по переписке)

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Грузия | Грузстандарт |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3. В стандарт введен международный стандарт ИСО 3733—76

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. ИЗДАНИЕ (август 2004 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1982 г., марте 1989 г., августе 2002 г. (ИУС 7—82, 5—89, 11—2002)

Переиздание (по состоянию на апрель 2008 г.)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 16.06.2008. Формат 60 × 84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70. Тираж 124 экз. Зак. 792.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

Изменение № 3 ГОСТ 2477—65 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 5 по переписке от 01.07.2002)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 4194

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Грузия | Грузстандарт |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдова-Стандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

На обложке и первой странице под наименованием стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 2382—80)**.

Пункт 1.1. Четырнадцатый абзац изложить в новой редакции (таблицу исключить):

«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»;

(Продолжение см. с. 36)

пункт 1.1 дополнить абзацем:

«секундомер».

Пункт 2.4. Третий абзац после слов «в колбу 100 см³ растворителя» дополнить словами: «в соответствии с табл. 1»;

дополнить таблицей — 1:

Т а б л и ц а 1

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

Пункт 4.3. Третий абзац изложить в новой редакции:

«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».

Информационные данные. Пункт 3. Исключить слова: «Стандарт полностью соответствует стандарту СЭВ 2382—80».

(ИУС № 11 2002 г.)