

Изменение № 1 ГОСТ 2477—2014 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды
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*

Предисловие. Пункт 5 исключить.

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции:

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

Раздел 2. Ссылка на ГОСТ 2517—2012. Наименование после слова «отбора» дополнить словом: «проб»;

исключить ссылки и наименования:

«ГОСТ ISO 3733—2013 Нефтепродукты и битуминозные материалы. Определение воды дистилляцией

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Тoluол. Технические условия»;

заменить ссылку: ГОСТ 4517—87 на ГОСТ 4517—2016.

Раздел 3. Заменить слова: «Испытуемый продукт нагревают в колбе с обратным холодильником» на «Испытуемые нефтепродукт или нефть нагревают в колбе с холодильником».

Раздел 4. Пункт 4.1. Третий абзац. Исключить слова: «толуол по ГОСТ 5789 или»;

последний абзац. Заменить ссылку: «(см. 8.2)» на «в соответствии с таблицей 1»;

дополнить абзацем:

«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».

Раздел 5. Пункт 5.1 исключить.

Пункт 5.2. Второй абзац. Исключить слова: «или аппарат для количественного определения содержания воды с металлическим дистилляционным сосудом вместимостью 500, 1000, 2000 см³»;

пятый абзац изложить в новой редакции:

«- приемники-ловушки номинальной вместимостью 25 см³ (при ожидаемом содержании воды более 10 см³), оснащенные запорным краном; номинальной вместимостью 2; 5 и 10 см³. Для испытаний образцов нефти используют ловушки с наименьшей ценой деления в начале шкалы (до 0,3 см³) не более 0,03 см³»;

шестой и седьмой абзацы исключить;

девятый и десятый абзацы изложить в новой редакции:

«- цилиндры и пробирки мерные стеклянные по ГОСТ 1770;

- электрическое нагревательное устройство для нагрева дистилляционного сосуда»;

одиннадцатый и двенадцатый абзацы исключить;

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции:

«- весы лабораторные с пределами допускаемой погрешности не более ± 0,01 г».

Раздел 6 исключить.

Раздел 7. Пункт 7.2.1 изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 7.2.3. Заменить слова: «Объединяют пробы в фарфоровую» на «Отобранные пробы помещают в одну фарфоровую».

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

Пункт 7.3 изложить в новой редакции:

«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)».

Пункт 7.4 исключить.

Пункт 7.5. Исключить слова: «не менее одного раза в день».

Раздел 8. Пункт 8.1 изложить в новой редакции:

«8.1 При испытании нефтепродуктов в дистилляционный сосуд (колбу) вводят $(100,00 \pm 1,00)$ см³ или $(100,00 \pm 1,00)$ 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 см³ растворителя (выбранного в соответствии с таблицей 1) и двумя порциями растворителя по 25 см³, то есть общим объемом растворителя, равным 100 см³.

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

Таблица 1. Графа «Испытуемый нефтепродукт». Вторая строка. Заменить слова: «нефтяные сульфонаты» на «присадки к смазочным маслам».

Пункт 8.2 изложить в новой редакции:

«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.

Т а б л и ц а 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.	$100,0 \pm 0,5$	$100,00 \pm 1,00$	100,0
От 5,0 до 10,0 включ.	$50,0 \pm 0,5$	$50,00 \pm 0,50$	150,0
Св. 10,0 до 25,0 включ.	$20,0 \pm 0,5$	$20,00 \pm 0,20$	180,0
Св. 25,0	$10,0 \pm 0,5$	$10,00 \pm 0,10$	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».

Пункт 8.3 исключить.

Пункт 8.4. Исключить слова: «, можно также использовать магнитную мешалку».

Пункт 8.5. Второй абзац исключить;

третий абзац изложить в новой редакции:

«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 изложить в новой редакции:

«П р и м е ч а н и е — 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».

Пункт 8.6 исключить.

Пункт 8.6.2 изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 8.7 изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 8.8. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Записывают объем воды в ловушке с точностью до ближайшего верхнего деления шкалы используемой ловушки»;

пятый абзац исключить.

Пункт 8.9 исключить.

Раздел 9. Пункт 9.1 изложить в новой редакции:

«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, см³;

m — масса испытуемого образца, г;

V — объем образца, см³;

d — плотность образца, г/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 нефти или нефтепродукта (100,00 ± 0,10) г за массовую долю воды принимают объем воды, собравшийся в приемнике-ловушке, см³».

Пункт 9.2 исключить.

Пункт 9.3 изложить в новой редакции:

«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 см³ расчеты проводят с точностью до третьего десятичного знака, затем результаты округляют до второго десятичного знака».

Пункт 9.4. Последний абзац изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 9.5 исключить.

Пункт 10.2 изложить в новой редакции:

«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 см³.

При испытании нефти с использованием приемника-ловушки объемом 10 см³ с наименьшей ценой деления 0,03 см³ допускается проведение расчетов как для нефтепродуктов (9.3) и использование показателей прецизионности, приведенных в 10.1».

Пункт 10.2.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 10.2.2. Первый абзац изложить в новой редакции:

«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».

Рисунок 1. Наименование дополнить словами: «в пределах от 0,0 % до 0,1 %».

(ИУС № 1 2018 г.)