



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

---

**Нефть сырая  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ.  
Метод дистилляции**

**СТ РК 1314 - 2004  
(ИСО 9029:1990, MOD)**

**Издание официальное**

**Комитет по техническому регулированию и метрологии  
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан  
(Госстандарт)**

**Астана**

**Предисловие**

**1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН АО «Казахский институт нефти и газа»**

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** приказом Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 10 декабря 2004 г., № 419

**3 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ  
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2009 год  
5 лет**

**4 Настоящий стандарт** является модифицированным относительно международного стандарта ИСО 9029:1990 «Нефть сырая. Определение содержания воды. Метод дистилляции».

В настоящем стандарте изменены название и структура разделов по отношению к международному стандарту.

Дополнительные положения, слова и фразы, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Республики Казахстан, выделены курсивом.

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой международного стандарта ИСО 9029:1990 приведено в Приложении А.

**5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

## Содержание

|     |   |    |
|-----|---|----|
| 1   | Область применения  | 1  |
| 2   | Нормативные ссылки  | 1  |
| 3   | Определения   | 1  |
| 4   | Средства контроля и вспомогательные устройства                              | 2  |
| 5   | Порядок подготовки к проведению испытания                                   | 4  |
| 5.1 | Отбор проб  | 4  |
| 5.2 | Проверка и подготовка испытательного оборудования                           | 5  |
| 5.3 | Подготовка проб   | 5  |
| 6   | Порядок проведения испытания  | 6  |
| 7   | Обработка результатов   | 6  |
|     | Приложение А Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой [1] | 8  |
|     | Приложение Б Библиография   | 10 |

---

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

---

**Нефть сырая  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ  
Метод дистилляции**

---

Дата введения 2006.01.01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воды в нефти методом дистилляции.

Стандарт пригоден для корректировки объема транспортируемой нефти.

Сущность метода состоит в нагревании пробы нефти с последующей конденсацией пара и измерении объема сконденсированной воды, поступившей в приемник-ловушку (далее ловушку).

**2 Нормативные ссылки**

*В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:*

*СТ РК 1.0-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Основные положения.*

*СТ РК 1.1-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Стандартизация и смежные виды деятельности. Термины и определения.*

*СТ РК 1.2-2002 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок разработки государственных стандартов.*

*СТ РК 1.5-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.*

*СТ РК 1.9-2003 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов и нормативных документов по стандартизации, сертификации и аккредитации.*

*ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.*

*ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб.*

*ГОСТ 5789-78 Реактивы. Толуол. Технические условия.*

*ГОСТ 9410-78 Е Ксилол нефтяной. Технические условия.*

*ГОСТ 25336-82 Е Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.*

*ГОСТ 29230-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.*

*Часть 4. Пипетки выдувные.*

**3 Определения**

В настоящем стандарте применяется следующий термин с соответствующим определением:

**3.1 Дистилляция:** Разделение жидких смесей, основанное на отличии состава жидкости от состава, образующегося из нее пара.

## 4 Средства контроля и вспомогательные устройства

4.1 Аппарат для определения количественного содержания воды в нефти, приведенный на рисунке 1, состоящий из:

- перегонной колбы вместимостью 1000 см<sup>3</sup> со шлифом 24/39. Допускается применение колб типа К-1 – 500 – 29/32 ТС, К-1 – 1000 – 29/32 ТС, К-1 – 2000 – 54/40 с переходом П1 – 2 – 45/40 – 29/32 ТС по ГОСТ 25336;

- ловушки вместимостью 5 см<sup>3</sup>, с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>;

- холодильника Либиха (прямого) длиной 400 мм. Допускается применение холодильника типа ХПТ с длиной кожуха не менее 300 мм по ГОСТ 25336;

- сушильной трубки (для предотвращения попадания атмосферной влаги) с осушителем.

4.2 Пипетка вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29230.

4.3 Цилиндр вместимостью 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

4.4 Щуп (из латуни или бронзы) или скребок (из стали), снабженный наконечником из политетрафторэтилена, приведенные на рисунке 2 (позиции 1 и 2). Допускается применение стеклянной палочки длиной около 500 мм с резиновым наконечником.

4.5 Трубка-разбрызгиватель для промывания внутренней трубки холодильника, приведенного на рисунке 2 (позиция 3).

4.6 Магнитная мешалка.

4.7 Стеклянные шарики (дробь). Допускается применение кусочков пемзы или неглазурованного фаянса и фарфора, или запаянных с одного конца стеклянных капилляров.

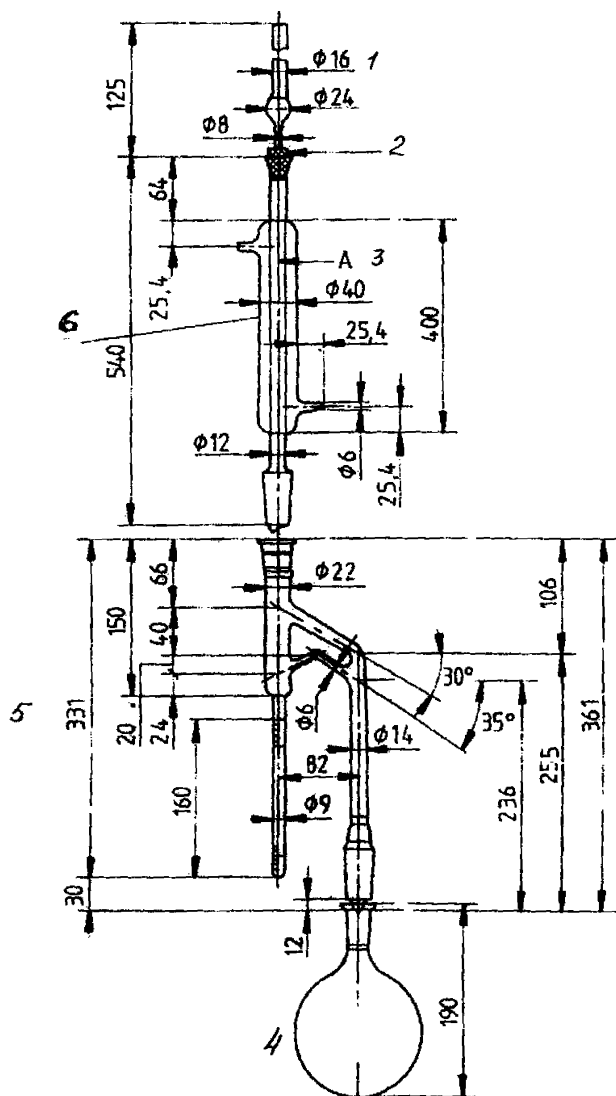
4.8 Колбонагреватель или другое электронагревательное устройство.

4.9 Толуол по ГОСТ 5789, допускается использовать нефтяные дистилляты с пределом кипения от 100 до 200<sup>0</sup>С и от 100 до 140<sup>0</sup>С.

4.10 Ксилол по ГОСТ 9410, допускается использовать нефтяные дистилляты с пределом кипения от 100 до 200<sup>0</sup>С и от 100 до 140<sup>0</sup>С.

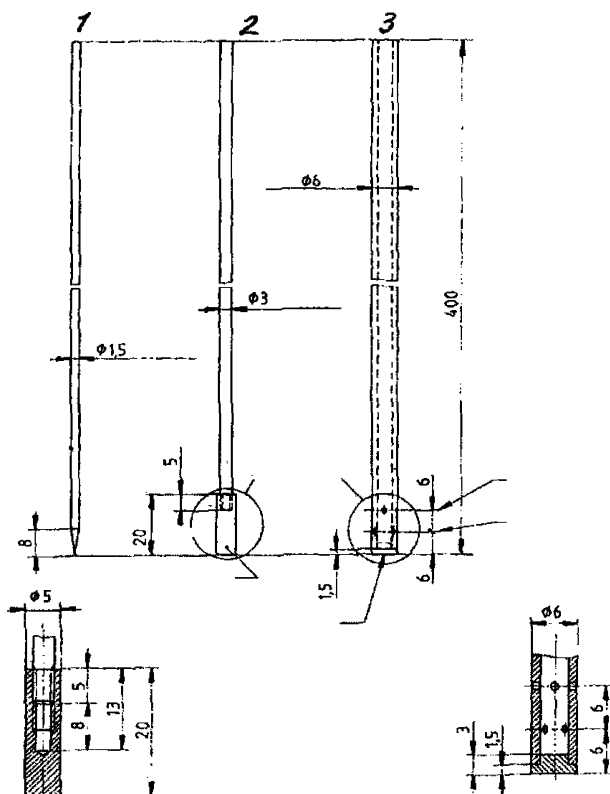
4.11 Бензин-растворитель БР-1.

Допускается применение других средств контроля, обеспечивающих необходимую точность измерений.



1 – трубка (сушильная); 2 – резиновая пробка; 3 – верхний предел конденсата;  
4 – колба; 5 – ловушка; 6 – холодильник

Рисунок 1



1 – чаш; 2 – скребок; 3 – трубка-разбрызгиватель

Рисунок 2

## 5 Порядок подготовки к проведению испытания

### 5.1 Отбор проб

5.1.1 *Отбор проб* - по ГОСТ 2517.

5.1.2 Необходимый объем (масса) пробы определяется в соответствии с таблицей 1 в зависимости от предполагаемого содержания в ней воды.

Таблица 1 – Объем пробы

| Предполагаемое содержание воды,<br>% (по массе) или % (по объему) | Масса или объем пробы,<br>г или см <sup>3</sup> |
|---|---|
| 50,1 и более  | 5   |
| 25,1 – 50,0   | 10  |
| 10,0 – 25,0   | 20  |
| 5,1 – 10,0  | 50  |
| 1,1 – 50,0  | 100   |
| 0,5 – 1,0   | 200   |
| менее 0,5   | 200   |

## 5.2 Проверка и подготовка испытательного оборудования

5.2.1 Перед началом испытаний проводят проверку аппарата на герметичность. Для этого в колбу наливают 400 см<sup>3</sup> толуола или ксилола (далее растворителя<sup>1</sup>) и проводят дистилляцию по процедуре раздела 6. Охлаждают систему, осторожно снимают ловушку со шлифа и удаляют содержимое в ней. Добавляют пипеткой ( $1,00 \pm 0,01$ ) см<sup>3</sup> дистиллированной воды в колбу, соединяют ловушку с холодильником и колбой и снова проводят дистилляцию по процедуре раздела 6. Определяют объем воды в ловушке.

5.2.2 Процедуру по 5.2.1 повторяют с объемом дистиллированной воды, равным ( $4,50 \pm 0,05$ ) см<sup>3</sup>.

5.2.3 Аппарат считается пригодным для проведения испытаний, если объем воды в ловушке не превышает значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

| Максимальная вместимость<br>ловушки, при температуре<br>20 °С, см <sup>3</sup> | Объем воды, добавленной в<br>колбу при температуре 20 °С,<br>см <sup>3</sup> | Допустимые отклонения<br>при температуре 20 °С, см <sup>3</sup> |
|--|--|---|
| 5,00   | 1,00   | $\pm 0,025$   |
| 5,00   | 4,50   | $\pm 0,025$   |

5.2.4 Несоблюдение требований 5.2.3 свидетельствует об утечке пара, бурного кипения содержимого в колбе или проникновения влаги через негерметично подогнанные шлифы или пробку.

При выяснении причины нарушения нормальной работы аппарата ее необходимо устранить и повторить процедуру по 5.2.1 и 5.2.2.

## 5.3 Подготовка проб

5.3.1 Мерным цилиндром отмеряют объем пробы по 5.2.1, и медленно, для предотвращения образования пузырьков воздуха, переливают в колбу. Мерный цилиндр промывают пять раз растворителем, общий объем порций которого равен объему пробы, и переносят в колбу.

5.3.2 В колбу доливают растворитель, в таком количестве, чтобы общий объем жидкости стал равен 400 см<sup>3</sup>.

5.3.3 Навеску нефти взвешивают в колбе, предварительно определив массу пустой колбы. Затем добавляют растворитель по 5.3.2.

<sup>1</sup> «Возможно применение бензина-растворителя БР-1», т. к. при равных результатах БР-1 менее токсичен, чем толуол или ксилол



5.3.4 Для предотвращения бурного кипения жидкости в колбе, в нее помещают стеклянные шарики, или несколько кусочков неглазурованного фаянса (фарфора), или капилляры. Для этих целей можно использовать магнитную мешалку.

5.3.5 При сборке аппарата использование смазки для стеклянных соединений не допускается.

## 6 Порядок проведения испытания

6.1 Нагревание колбы проводят таким образом, чтобы кипение жидкости не протекало бурно. Интенсивность кипения при этом должна обеспечивать скорость дистилляции от 2 до 5 капель/с.

6.2 Время перегонки должно быть от тридцати минут до одного часа. Дистилляцию продолжают до тех пор, пока объем в ловушке не будет увеличиваться, а верхний слой растворителя станет прозрачным.

6.3 Если на стенках внутренней трубки холодильника наблюдается скопление капель воды, ее вымывают растворителем, используя промывную трубку-разбрызгиватель струйного типа или аналогичное устройство. Промывание проводят после отключения нагревателя.

6.4 После этого включают нагреватель и продолжают дистилляцию не менее пяти минут. Процедуру повторяют до тех пор, пока в холодильнике будет присутствовать вода.

6.5 Если, после повторной дистилляции, в трубке остались еще капли воды, их следует столкнуть в ловушку, используя пипет, скребок или стеклянную палочку.

6.6 По окончании испытаний, выключают нагреватель, ловушку отсоединяют от холодильника, охлаждают до комнатной температуры, а капли воды, оставшиеся на стенках, с помощью пипета, скребка или стеклянной палочки, сталкивают в водяной слой.

6.7 Определяют объем воды в ловушке с точностью до половины цены деления ловушки.

## 7 Обработка результатов

7.1 Объемную ( $X$ ) долю воды в процентах определяют по формулам:

$$X = \frac{V_0}{V_1} \times 100, \quad (1)$$

$$X = \frac{V_0}{m/\rho} \times 100, \quad (2)$$

где  $V_0$  – объем воды в ловушке,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  – объем пробы,  $\text{см}^3$ .

$m$  – масса пробы, г;

$\rho$  – плотность пробы,  $\text{г}/\text{см}^3$ .

Примечание – Плотность воды принимают равной  $1 \text{ г}/\text{см}^3$ .

7.2 Массовую ( $X_1$ ) долю воды в процентах определяют по формуле:

$$X_1 = \frac{V_0}{m} \times 100. \quad (3)$$

7.3 За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений если расхождение между ними не превышает 0,025 %.

7.4 Объем воды в ловушке равный  $0,03 \text{ см}^3$  и меньше считается следами.

Отсутствие воды в испытуемой пробе нефти определяется состоянием, при котором в нижней части ловушки не видно капель воды.

## 7.5 Точность метода

## 7.5.1 Сходимость

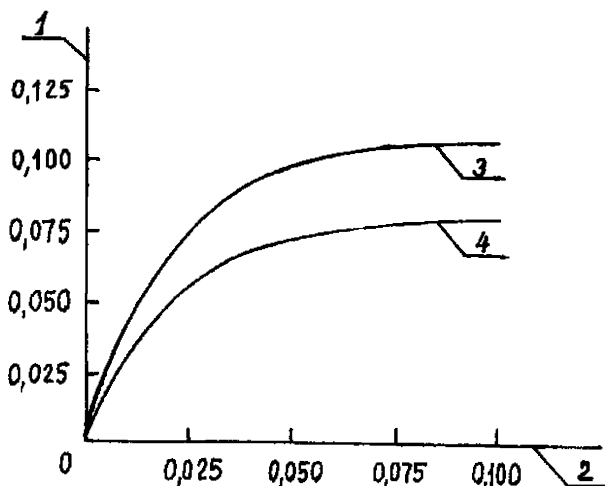
Расхождение результатов испытаний, полученных одним и тем же оператором, при использовании одного и того же оборудования, при постоянном режиме испытаний, идентичности испытуемого материала и правильном применении данного метода, может превысить приводимые ниже значения лишь в одном случае из двадцати:

- при содержании воды от 0 до 0,10 % расхождение результатов измерений определяется по кривой 4 рисунка 3;
- при содержании воды от 0,10 до 1,00 % расхождение результатов измерений не должно превышать значения 0,08 %.

## 7.5.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными, различными операторами в различных лабораториях, с использованием идентичного испытуемого материала и правильном применении данного метода испытаний, может превышать приводимые ниже значения лишь в одном случае из двадцати:

- при содержании воды от 0 до 0,10 %, расхождение результатов измерений определяется по кривой 3 рисунка 3;
- при содержании воды от 0,100 до 1,00 %. расхождение результатов измерений не должно превышать значения 0,11 %.



1 – расхождение между двумя результатами; 2 – объемная (массовая) доля воды, в процентах  
3 – воспроизводимость результатов испытаний; 4 – сходимость результатов испытаний

Рисунок 3

**Приложение А**  
**(справочное)**

**Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой [1]**

Изменение структуры и названий разделов государственного стандарта относительно структуры и названий разделов [1] обусловлено требованиями СТ РК 1.5.

Таблица А.1 - Сопоставление структуры и названий разделов настоящего стандарта со структурой и названиями разделов [1]

| Структура и названия разделов [1]                    | Структура и названия разделов настоящего стандарта    |
|--|---|
| 1 Область распространения                            | 1 Область применения                                  |
| 2 Справочные материалы <sup>1</sup>                  | 2 Нормативные ссылки                                  |
|  | 3 Определения   |
| 3 Примечание <sup>2</sup>                            |   |
| 4 Принцип <sup>3</sup>                               |   |
| 5 Оборудование                                       | 4 Средства контроля и вспомогательные устройства      |
| 5.1 Общие положения                                  | 4.1   |
| 5.2 Перегонная колба                                 | 4.2   |
| 5.3 Ловушка  | 4.3   |
| 5.4 Холодильник                                      | 4.4   |
| 5.5 Сушильная трубка                                 | 4.5   |
| 5.6 Нагреватель                                      | 4.6   |
| 5.7 Трубка-разбрызгиватель                           | 4.7   |
| 5.8 Щуп, скребок                                     | 4.8   |
| 5.9 Калибровка аппарата                              | 4.9   |
| 6 Растворитель <sup>4</sup>                          |   |
| 7 Калибровка и испытание по рекуперации <sup>5</sup> | 5 Порядок подготовки к проведению испытания           |
| 7.1 Общие положения                                  | 5.1 Отбор проб  |
| 7.2 Калибровка                                       | 5.1.1   |
| 7.3 Испытание по рекуперации воды                    | 5.1.2   |
| 7.4 Нарушение нормальной работы                      | 5.2 Проверка и подготовка испытательного оборудования |
|  | 5.2.1   |
|  | 5.2.2   |
|  | 5.2.3   |
|  | 5.2.4   |
|  | 5.3 Подготовка проб                                   |
|  | 5.3.1   |
|  | 5.3.2   |
|  | 5.3.3   |
|  | 5.3.4   |
|  | 5.3.5   |

Продолжение таблицы А.1

| Структура и названия разделов [1]   | Структура и названия разделов<br>настоящего стандарта   |
|---|---|
| 8 Отбор проб <sup>6</sup><br>8.1 Общие положения<br>8.2 Проба, полученная в лабораторных условиях<br>8.3 Приготовление опытной пробы<br>8.3.1<br>8.3.2<br>8.3.3   |   |
| 9 Методика<br>9.1<br>9.2<br>9.2.1<br>9.2.2<br>9.3<br>9.4<br>9.5<br>9.6  | 6 Порядок проведения испытания<br>6.1<br>6.2<br>6.3<br>6.4<br>6.5<br>6.6<br>6.7   |
| 10 Выражение результатов  | 7 Обработка результатов<br>7.1<br>7.2<br>7.3<br>7.4<br>7.5 Точность метода<br>7.5.1 Сходимость<br>7.5.2 Воспроизводимость |
| 11 Точность метода <sup>7</sup><br>11.1 Повторяемость (результатов испытаний)<br>11.2 Воспроизводимость результатов испытаний   |   |
| 12 Протокол испытаний <sup>8</sup>  |   |
| Приложение А Транспортировка проб <sup>9</sup>  |   |
| Примечания -<br><sup>1</sup> - ссылка на ИСО383-1976 заменена на ГОСТ 1770 и ГОСТ 25336; ссылка на ИСО 3170-1988 и ИСО 3171-1988 заменена на ГОСТ2517; ссылка на ИСО 4259-1979 исключена, поскольку в тексте настоящего ссылка на данный стандарт отсутствует; ссылка на ИСО 5280-1979 заменена на ГОСТ 9410.<br><sup>2</sup> - сведения приведенные в данном разделе включены во введение.<br><sup>3</sup> - сведения приведенные в данном разделе включены в раздел 1 «Область применения».<br><sup>4</sup> - требования к растворителю приведены в 5.2.1.<br><sup>5</sup> - требования данного раздела приведены в разделе 5<br><sup>6</sup> - требования данного раздела к отбору и приготовлению проб приведены в 5.1 и 5.3.<br><sup>7</sup> - точность метода включена в 7.5.<br><sup>8</sup> - данный раздел исключен, поскольку он не содержит нормативных требований.<br><sup>9</sup> - данное приложение исключено из настоящего стандарта, поскольку его требования приведены в ГОСТ 2517. |   |

**Приложение Б**  
**(справочное)**

**Библиография**

[1] МС ИСО 9029:1990 Нефть сырая. Определение содержания воды методом дистилляции.

---

**УДК**

**МКС 75.080**

**Ключевые слова:** Сырая нефть, определение содержания, испытания, метод дистиляции, вода

---