ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54284— 2010

НЕФТИ СЫРЫЕ

Определение воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2010 г. № 1120-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 4928—00 «Методы определения воды в сырых нефтях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру» (ASTM D 4928—00 «Standard test method for water in crude oils by coulometric Karl Fischer titration»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов АСТМ соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартинформ, 2011

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Значение и применение 2
5 Мешающие факторы 2
6 Аппаратура 2
7 Реактивы и материалы 3
8 Отбор проб и образцов для испытаний 3
9 Подготовка аппаратуры 4
10 Стандартизация 4
11 Проведение испытаний 5
12 Обработка результатов 6
13 Отчет 6
14 Прецизионность и отклонение 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НЕФТИ СЫРЫЕ

Определение воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

Crude oils. Determination of water by coulometric Karl Fischer titration

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения воды в диапазоне от 0,02 % до 5 % по массе или по объему в сырых нефтях. Известно, что наличие серы в виде меркаптанов (RSH) и сульфидов (S^- и H_2S) является мешающим фактором для настоящего метода, однако при содержании этих соединений менее 500 мкг/г (ppm) их влияние несущественно (см. раздел 5).

1.2 Настоящий метод испытаний можно использовать для определения воды в диапазоне от 0,005 % масс. до 0,02 % масс. Однако влияние соединений, содержащих серу (меркаптанов и сульфидов), при определении воды в данном диапазоне не было установлено.

1.3 Настоящий метод предусматривает использование для кулонометрического титрования стандартных, доступных реактивов Карла Фишера.

1.4 Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед использованием настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

АСТМ Д 1193 Технические условия на реактив — воду (ASTM D 1193, Specification for reagent water)[1)]

АСТМ Д 4057 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products)[2)]

АСТМ Д 4177 Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products)[3)]

АСТМ Д 5854 Руководство по смешению и обращению с жидкими пробами нефти и нефтепродуктов (ASTM D 5854, Practice for mixing and handling samples of petroleum and petroleum products)[3)]

АСТМ Е 203 Метод определения воды титрованием по Карлу Фишеру (ASTM E 203, Test method for water using Karl Fischer titration)[4)]

[1)] Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.01.

[2)] Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.02.

[3)] Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.03.

[4)] Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.05.

Издание официальное

3 Сущность метода

3.1 После гомогенизации сырой нефти в смесителе аликвоту пробы вводят в ячейку титратора Карла Фишера, в которой йод, необходимый для реакции Карла Фишера, образуется под действием электрического тока непосредственно в ячейке титратора вблизи анода. После оттитровывания всей воды избыток йода определяют электрометрическим детектором с титрованием до конечной точки, и титрование прекращают. По стехиометрии реакции один моль йода реагирует с одним молем воды, таким образом количество воды пропорционально общей величине тока в соответствии с законом Фарадея.

3.2 Прецизионность данного метода в большой степени зависит от эффективности стадии гомогенизации. Эффективность смесителя, используемого для достижения однородности пробы, определяется процедурой, приведенной в АСТМ Д 5854.

3.3 Используют два способа определения воды в сырых нефтях. По одному способу аликвоту пробы взвешивают, вводят в ячейку для титрования и определяют массовую долю воды в процентах. По другому способу — для прямого определения содержания воды в сырой нефти в процентах по объему измеряют объем сырой нефти, введенной в ячейку для титрования.

4 Значение и применение

4.1 Содержание воды в сырой нефти является важным показателем для ее переработки, покупки, продажи или транспортирования.

5 Мешающие факторы

5.1 Некоторые вещества и классы соединений, вступающие в реакции конденсации или окислительно-восстановительные реакции, мешают определению воды методом Карла Фишера. В сырых нефтях наиболее существенным мешающим фактором являются меркаптаны и сульфиды (но не общая сера). При содержании менее 500 мкг/г (в виде общей серы) влияние этих соединений незначительное. Большинство сырых нефтей, относящихся к «сернистым нефтям», содержит меркаптаны и сульфиды на уровнях менее 500 мкг/г (ppm) в виде общей серы. Подробную информацию о веществах, мешающих определению воды в сырых нефтях методом титрования по Карлу Фишеру, — см. метод испытаний по АСТМ Е 203.

5.2 Влияние меркаптанов и сульфидов на титрование по Карлу Фишеру для определения воды в диапазоне от 0,005 % масс. до 0,02 % масс. не было определено экспериментально. Однако при столь низких концентрациях воды влияние меркаптанов и сульфидов при содержании менее 500 мкг/г (ppm) в виде общей серы может быть существенным.

6 Аппаратура

6.1 Титратор Карла Фишера, в котором используется электрометрическое титрование до конечной точки. В настоящее время на рынке доступен ряд кулонометрических приборов для титрования по Карлу Фишеру. Инструкции для эксплуатации этих устройств предоставляет производитель.

6.2 Смеситель для гомогенизации проб сырой нефти.

6.2.1 Высокоскоростной смеситель без аэрации, со сдвигом, обеспечивающий необходимую эффективность гомогенизации при проведении испытания, описан в АСТМ Д 5854. Размер пробы ограничен количеством, допускаемым производителем для перемешиваемого образца.

6.2.2 Смесители с циркуляцией пробы. Допускаются смесители, подобные используемым в автоматических резервуарах для отбора проб сырой нефти, обеспечивающие выполнение требований АСТМ Д 5854.

6.3 Шприцы.

6.3.1 Пробы легче всего вводить в ячейки для титрования калиброванными стеклянными шприцами с наконечниками Люэра и иглами для подкожных инъекций соответствующей длины. Отверстие иглы должно быть небольшим, но достаточным для того, чтобы избежать проблем, возникающих с обратным давлением и засорением при вводе пробы. Рекомендуемые размеры шприцев следующие:

6.3.1.1 Шприц вместимостью 10 мкл с иглой длиной достаточной, чтобы погрузиться ниже поверхности анодного раствора в ячейке при вводе через мембрану в отверстие для ввода пробы. Шприц

используют при калибровке (раздел 10). Он должен быть отградуирован так, чтобы можно было снимать показания с точностью до 0,1 мкл или точнее.

6.3.1.2 Шприцы вместимостью 250, 500, 1000 мкл (1 мл) для отбора проб сырой нефти. Для испытания по способу с определением объема сырой нефти точность шприцев должна составлять 5, 10 и 20 мкл (0,02 мл) соответственно.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов. Используемые реактивы должны быть класса химически чистые (х. ч.). Если нет других указаний, то считается, что все реактивы соответствуют техническим условиям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, где можно получить технические условия на эти реактивы[5]. Другие классы веществ можно использовать, если первоначально установлено, что реактив достаточно чистый, чтобы быть использованным без снижения точности измерения.

7.2 Чистота воды. Если нет других указаний, то используют воду лабораторного назначения (воду ч. д. а.) класса IV по АСТМ Д 1193.

7.3 Ксилол, х. ч. Менее 0,05 % воды. (**Предупреждение** — Огнеопасен. Пары вредны).

7.4 Реактив Карла Фишера. Стандартные доступные реактивы для кулонометрического титрования по методу Карла Фишера.

7.4.1 Анодный раствор должен состоять из 6 частей коммерческого анодного раствора по Карлу Фишеру и 4 частей ксилола, х. ч. Необходимо использовать свежий анодный раствор по Карлу Фишеру. Анодный раствор нельзя использовать по истечении срока его годности. Анодный раствор должен быть заменен после 7 дней пребывания в ячейке для титрования. (**Предупреждение** — Огнеопасен, токсичен при вдыхании и попадании внутрь, следует избегать попадания на кожу).

Примечание 1 — Можно использовать другие соотношения анодного раствора и ксилола, их значения должны быть определены для специальных реактивов и аппаратуры. Прецизионность и отклонение метода установлены с использованием указанных анодного раствора и ксилола.

7.4.2 Катодный раствор. Используют доступный катодный раствор для метода Карла Фишера. Катодный раствор нельзя использовать по истечении его срока годности, он должен быть заменен после 7 дней пребывания в ячейке для титрования (**Предупреждение** — Огнеопасен, может привести к смертельному исходу при вдыхании, попадании внутрь и адсорбции через кожу. Возможна канцерогенная опасность).

8 Отбор проб и образцов для испытаний

8.1 Под отбором проб подразумевают все этапы, необходимые для получения части образца, являющейся представительной для содержимого трубопровода, резервуара или другой системы, и помещения ее в контейнер, из которого отбирают пробу для анализа с использованием лабораторного или испытательного оборудования. Контейнер для лабораторной пробы должен быть достаточных размеров, а объем образца достаточным, чтобы выполнить перемешивание в соответствии с 8.4.

8.2 Лабораторная проба

Образец сырой нефти представляют в лабораторию для проведения анализа настоящим методом или для проверки испытательного оборудования. Только представительные пробы, получаемые как указано в АСТМ Д 4057 и АСТМ Д 4177, могут быть использованы для получения лабораторной пробы.

Примечание 2 — Лабораторные пробы могут быть отобраны в бутыли при ручном отборе проб из резервуаров или в пробоотборники — при автоматическом отборе проб. Образцы сырой нефти, оставшиеся от предыдущих анализов, хранят в этих же емкостях.

8.3 Проба для испытаний — это часть образца, получаемая из лабораторной пробы для анализа настоящим методом испытаний. Отобранная для анализа часть образца должна быть использована при выполнении анализа. Лабораторную пробу перед отбором пробы для испытаний необходимо перемешать в соответствии с 8.4.

---

[5] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC (химические реактивы, спецификации Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, — см. Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD (Фармакопея США и Национальный фармакологический справочник).

8.4 Перемешивают лабораторную пробу сырой нефти в течение 15 мин непосредственно перед отбором пробы для испытаний, чтобы обеспечить полную однородность. Перемешивают пробу при комнатной температуре от 15 °С до 25 °С или при более низкой температуре в контейнере для лабораторной пробы и предварительно отмечают температуру пробы в градусах Цельсия до перемешивания. Тип смесителя зависит от количества сырой нефти в контейнере для лабораторной пробы. Прежде чем использовать какой-нибудь неизвестный смеситель, необходимо ознакомиться с условиями гомогенизации по АСТМ Д 5854. Оценивают характеристики смесителя при каждом изменении типа нефти, объема нефти в контейнере, формы контейнера или условий смешивания (таких как скорость и время перемешивания).

8.5 Для небольших контейнеров для лабораторной пробы вместимостью от 50 до 500 мл требуется смеситель без аэрирования, высокой скорости, с поперечным смещением (сдвигом). Используют время перемешивания, скорость перемешивания и высоту образца в смесителе от дна контейнера, удовлетворяющие требованиям АСТМ Д 5854. Для смесителей больших размеров и объемов условия перемешивания должны быть определены в соответствии с методиками, изложенными в АСТМ Д 5854 и АСТМ Д 4177, но измененными применительно к контейнерам больших размеров и объемов. Очищают и высушивают смеситель перед вводом пробы.

8.6 Фиксируют температуру пробы в градусах Цельсия сразу же после гомогенизации. Повышение полученной температуры по сравнению с начальными показаниями до перемешивания (8.4) не должно превышать 10 °С, в противном случае возможны потеря воды или нестабильность эмульсии.

8.7 Выбирают количество испытуемой пробы в соответствии с таблицей 1, на основании предполагаемого содержания воды.

Таблица 1 — Примерное количество испытуемой пробы в зависимости от предполагаемого содержания воды

Предполагаемое содержание воды, %	Количество пробы, г или мл	Титруемое количество воды, мкг
0,020—0,1	1,0	200—1000
0,1—0,5	0,5	500—2500
0,5—5,0	0,25	1250—12500

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Следуют указаниям производителя для подготовки и выполнения работ с аппаратурой для титрования.

9.2 Проверяют герметизацию всех узлов и соединений сосуда, чтобы предотвратить попадание атмосферной влаги из входных коммуникаций аппаратуры.

9.3 Помещают в анодную (внешнюю) камеру смесь ксилола и анодного раствора Карла Фишера, пригодного для использования в аппаратуре в качестве специального реактива. Доводят объем смеси до уровня, рекомендованного производителем.

9.4 Помещают в катодную (внутреннюю) камеру катодный раствор Карла Фишера до уровня на 2—3 мм ниже уровня смеси в анодной камере.

9.5 Включают аппаратуру и магнитную мешалку для начала операции перемешивания. Дают возможность остаточной влаге в ячейке титратора дойти до конечной точки.

Примечание 3 — Высокий фоновый ток в течение длительного периода времени может быть связан с наличием влаги на внутренних стенках сосуда титратора. Плавное встряхивание сосуда (или более энергичное перемешивание) обеспечит промывание внутренней поверхности ячейки электролитом и стабилизацию титратора до достижения низкого фонового тока.

10 Стандартизация

10.1 В принципе в стандартизации нет необходимости, поскольку титруемое количество воды находится в прямой зависимости от количества кулонов потребляемого электричества. Однако характеристики реактива ухудшаются по мере его использования. Поэтому необходимо проводить регулярный контроль путем введения точного количества чистой воды — 10 мкл. С момента использования свежего реактива такой контроль проводят через каждые десять измерений (11.1.3). Если результат находится вне пределов (10000 ± 200) мкг, нужно заменить оба раствора — анодный и катодный.

11 Проведение испытаний

11.1 Испытание образца при определении содержания воды в процентах по массе

11.1.1 Помещают свежие растворы в анодную и катодную ячейки титратора и доводят растворы до условий, отвечающих конечной точке, как указано в разделе 9.

11.1.2 Помещают аликвоту пробы испытуемой сырой нефти в ячейку титратора сразу же после завершения этапа перемешивания по 8.4, используя следующую процедуру.

11.1.2.1 Очищают и высушивают шприц соответствующей вместимости (таблица 1 и примечание 4), отбирают не менее чем три порции пробы и удаляют в емкость для слива. Сразу же отбирают следующую порцию пробы, очищают иглу бумажной салфеткой и взвешивают шприц с содержимым с точностью до 0,1 мг. Вводят иглу через мембрану в отверстие для ввода пробы, начинают титрование и при положении кончика иглы несколько ниже поверхности жидкости вводят пробу. Извлекают шприц и взвешивают его повторно с точностью до 0,1 мг. После достижения конечной точки титрования фиксируют оттитрованное количество воды по цифровому считывающему устройству прибора.

Примечание 4 — Если концентрация воды в пробе не известна, то рекомендуется начать с минимальной предварительной пробы, чтобы избежать чрезмерного времени титрования и расхода реактивов. При необходимости в дальнейшем уточняют количество образца для анализа.

11.1.2.2 Когда фоновый ток или скорость титрования возвращаются к стабильным показаниям в конце титрования (9.5), можно вводить следующие пробы в соответствии с 11.1.2.1.

11.1.3 Заменяют растворы в одном из нижеперечисленных случаев, а затем повторяют подготовку аппаратуры в соответствии с разделом 9.

11.1.3.1 Наблюдают устойчиво-высокий и нестабильный фоновый ток.

11.1.3.2 Происходит расслаивание фаз в анодной камере или электроды покрываются сырой нефтью.

11.1.3.3 Общее количество добавленной сырой нефти в сосуд для титрования превышает одну четвертую часть объема раствора в анодной камере.

11.1.3.4 Растворы в сосудах для титрования использовали более недели.

11.1.3.5 На приборе появляется сообщение об ошибке, что прямо или косвенно свидетельствует о необходимости замены электродов — см. Руководство по эксплуатации прибора.

11.1.3.6 Результат от ввода 10 мкл воды находится вне пределов (10000 $\pm$ 200) мкг.

11.1.4 Тщательно очищают анодную и катодную камеры титратора, если ячейки загрязнились сырой нефтью. Никогда не следует использовать ацетон или близкие по свойствам кетоны.

Примечание 5 — Засорение перегородки, разделяющей камеры, также приведет к неисправной работе прибора.

11.1.5 При анализе сырых нефтей, слишком вязких для отбора шприцем, помещают пробу в чистый, сухой флакон-капельницу и взвешивают флакон вместе с сырой нефтью. Быстро вводят пипеткой требуемое количество образца в ячейку титратора. Вновь взвешивают флакон. Проводят титрование в соответствии с 11.2.

11.2 Испытание образца при определении содержания воды в процентах по объему

11.2.1 Настоящая процедура может быть применена только тогда, когда обеспечены необходимые условия, то есть давление паров и вязкость сырой нефти позволяют точно определить объем сырой нефти. Вязкие сырые нефти затрудняют точное измерение с использованием шприца.

11.2.2 Будьте осторожны при заполнении шприца, чтобы исключить образование пузырьков газа.

Примечание 6 — Присутствие пузырьков газа в шприце может быть источником ошибок. Склонность сырой нефти к образованию пузырьков газа зависит от типа нефти и связана с давлением паров.

11.2.3 При измерении массы сырой нефти следует использовать процедуру определения воды в сырой нефти методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру в соответствии с 11.1.

11.2.4 Основные стадии те же самые, что и в случае измерения содержания воды в процентах по массе (11.1), за некоторым исключением. Чистым, сухим шприцем соответствующей вместимости (см. таблицу 1) отбирают не менее чем три порции пробы и удаляют в емкость для слива. Сразу же отбирают следующую порцию пробы, удаляют весь газ из шприца, очищают иглу бумажной салфеткой и отмечают объем в шприце ближайший к отметке 1 или 10 мкл в качестве принятого значения (6.3.1.2). Вводят иглу через мембрану в отверстие для ввода пробы, начинают титрование и при положении кончика иглы несколько ниже поверхности жидкости вводят полностью содержимое шприца. После достижения

конечной точки титрования фиксируют по показаниям цифрового устройства прибора оттитрованное количество воды в микрограммах.

12 Обработка результатов

12.1 Рассчитывают содержание воды, % масс., в пробе сырой нефти по формуле

$$\text{Вода} = \frac{W_1}{W_2} 100, \quad (1)$$

где W_1 — масса оттитрованной воды, мкг;

W_2 — масса используемой пробы, мкг.

12.2 Рассчитывают содержание воды, % об., в пробе сырой нефти по формуле

$$\text{Вода} = \frac{V_1}{V_2} 100, \quad (2)$$

где V_1 — объем оттитрованной воды, мкл (совпадает с массой в микрограммах, определяемой кулонометрическим титрованием);

V_2 — объем используемой пробы, мкл.

13 Отчет

13.1 Результат определения процентного содержания воды по массе округляют до 0,01 % масс.

13.2 Результат определения процентного содержания воды по объему, округляют до 0,01 % об.

14 Прецизионность и отклонение

14.1 Прецизионность настоящего метода испытаний, определенная по результатам статистических межлабораторных испытаний, включает следующие показатели[6)].

14.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном использовании метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати (таблица 2).

14.1.1.1 Для определения воды по массе

$$r = 0{,}040\ (X^{2/3}), \quad (3)$$

где X — содержание воды в пробе в диапазоне от 0,02 % масс. до 5 % масс.

14.1.1.2 Для определения воды по объему

$$r = 0{,}056\ (X^{2/3}), \quad (4)$$

где X — содержание воды в пробе в диапазоне от 0,02 % об. до 5 % об.

14.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух отдельных и независимых результатов испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном использовании метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати (таблица 2).

14.1.2.1 Для определения воды по массе

$$R = 0{,}105\ (X^{2/3}), \quad (5)$$

где X — содержание воды в пробе в диапазоне от 0,02 % масс. до 5 % масс.

14.1.2.2 Для определения воды по объему

$$R = 0{,}112\ (X^{2/3}), \quad (6)$$

где X — содержание воды в пробе в диапазоне от 0,02 % об. до 5 % об.

[6)] Подтверждающие данные можно получить в ASTM Headquarters, Request RR: D02-1246.

Таблица 2 — Прецизионность метода

Вода	Повторяемость *r*		Воспроизводимость *R*	
% масс. или % об.	% масс.	% об.	% масс.	% об.
0,01	0,002	0,003	0,005	0,005
0,02	0,003	0,004	0,008	0,008
0,05	0,005	0,008	0,014	0,015
0,1	0,01	0,01	0,02	0,02
0,3	0,02	0,03	0,05	0,05
0,5	0,03	0,04	0,07	0,07
0,7	0,03	0,04	0,08	0,09
1,0	0,04	0,06	0,11	0,11
1,5	0,05	0,07	0,14	0,15
2,0	0,06	0,09	0,17	0,18
2,5	0,07	0,10	0,19	0,21
3,0	0,08	0,12	0,22	0,23
3,5	0,09	0,13	0,24	0,26
4,0	0,10	0,14	0,26	0,28
4,5	0,11	0,15	0,29	0,31
5,0	0,12	0,16	0,31	0,33

14.2 Отклонение

14.2.1 Не обнаружено значительных расхождений между средним содержанием воды, получаемым этим методом, и ожидаемым количеством воды (введенным в виде добавки) для проб сырой нефти, проанализированных в процессе межлабораторных испытаний образцов, используемых для оценки прецизионности настоящего метода[6)].

14.2.2 Мешающий фактор от меркаптановой серы соответствует теоретической стехиометрии (от 1 до 0,28), то есть 1000 мкг/г (ppm) меркаптановой серы может произвести сигнал, эквивалентный 280 мкг/г (ppm) воды в рамках настоящего метода испытаний. Влияние сульфидной серы H_2S соответствует теоретической стехиометрии (от 1 до 0,56), то есть 1000 мкг/г (ppm) серы сероводорода может произвести сигнал, эквивалентный 560 мкг/г (ppm) воды в рамках настоящего метода. Достоверность корректировки измеренного содержания воды для известных уровней меркаптан/сульфид еще не определена.

[6)] Подтверждающие данные можно получить в ASTM Headquarters, Request RR: D02-1246.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 1193	—	*
АСТМ Д 4057	MOD	ГОСТ Р 52659—2006 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
АСТМ Д 4177	MOD	ГОСТ 2517—85 «Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб»
АСТМ Д 5854	—	*
АСТМ Е 203	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
MOD — модифицированные стандарты.

УДК 665.63:006.354 ОКС 75.040 Б09

Ключевые слова: кулонометрический, сырые нефти, гомогенизация, метод Карла Фишера, смеситель с поперечным смещением, титрование, вода, вода в сырых нефтях

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 07.10.2011. Подписано в печать 28.10.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 141 экз. Зак. 1016.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник»,105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru