



**Обозначение: D 4377 – 00<sup>e1</sup>**

**API:** Обозначение: Руководство по Стандартам Измерения Нефти (MPMS), Глава 10.7

**IP:** Обозначение: 356/99

**СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ИСПЫТАНИЙ ДЛЯ  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В СЫРОЙ НЕФТИ  
С ПОМОЩЬЮ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО  
ТИТРОВАНИЯ ПО МЕТОДУ КАРЛА ФИШЕРА**

**STANDARD TEST METHOD FOR WATER IN CRUDE OILS BY  
POTENTIOMETRIC KARL FISHER TITRATION**

**ЗАРЕГИСТРИРОВАНО**

**ВНИИКИ ГОССТАНДАРТА  
РОССИИ**

Номер регистрации: **284/ASTM**

Дата регистрации: **11/12/2002**

**Москва 2002 г.**

**Обозначение: D 4377 - 00**

API: Обозначение: Руководство по Стандартам Измерения Нефти (MPMS), Глава 10.7

IP: Обозначение: 356/99

## **Стандартный метод испытаний для определения содержания воды в сырой нефти с помощью потенциометрического титрования по методу карла фишера<sup>1</sup>**

Настоящему стандарту присвоено постоянное обозначение D 4377; номер следующий за обозначением указывает на год первоначального принятия стандарта, а при пересмотре стандарта — год последнего пересмотра. Номер в круглых скобках указывает на год последнего переутверждения. Надстрочный индекс эпсилон ( $\epsilon$ ) указывает на редакторские правки, внесенные после последнего пересмотра или переутверждения.

*Настоящий стандарт одобрен для применения в учреждениях Министерства обороны.*

---

<sup>e1</sup> Примечание — Сноска 1 и ссылочные документы были отредактированы в октябре 2002 года с целью их соответствия договору по совместным стандартам ASTM-API.

---

### **1. Область применения**

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воды в сырой нефти в диапазоне от 0.02 до 2 %. Известно, что меркаптановая и сульфидная ( $S^-$  или  $H_2S$ ) сера вносят погрешность в результаты испытаний по этому методу (см. Раздел 5).

1.2 Этот метод испытаний предназначен для использования со стандартным

---

<sup>1</sup> Данный метод испытаний находится под юрисдикцией Комитета D02 ASTM по нефтепродуктам и смазочным материалам и Комитета API по измерениям нефти, и за него непосредственно несет ответственность Подкомитет D02.02/COMQ, совместный комитет ASTM-API по статическим измерениям нефти.

Настоящее издание одобрено 10 августа 2000 года. Опубликовано в октябре 2000 года. Первоначально издано как D 4377 - 84. Последнее издание - D 4377 - 93a.

реагентом Карла Фишера или с реагентом Карла Фишера, не содержащим пиридина.

1.3 Значения, указанные в единицах СИ, должны рассматриваться как стандартные.

1.4*В настоящем стандарте не рассматриваются меры безопасности, необходимые при его применении. За безопасность и охрану здоровья несет ответственность пользователь данного стандарта, который должен определить степень применимости регулирующих ограничений до начала использования стандарта.* Конкретные положения по технике безопасности даны в Разделе 7.

## 2. Ссылочные документы

### 2.1 Стандарты ASTM:

D 1193 Технические условия для реагентной воды<sup>2</sup>

D 4006 Метод определения содержания воды в сырой нефти с помощью дистилляции (API MPMS Глава 10.2)<sup>3</sup>

D 4057 Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов (API MPMS Глава 8.1)<sup>3</sup>

D 4177 Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов (API MPMS Глава 8.2)<sup>3</sup>

E 203 Метод определения содержания воды с помощью воллометрического реагента Карла Фишера<sup>4</sup>

### 2.2 Стандарты API:<sup>5</sup>

MPMS Глава 8.1 Ручной отбор проб нефти и нефтепродуктов (Практика ASTM D 4057)

MPMS Глава 8.2 Автоматический отбор проб нефти и нефтепродуктов

---

<sup>2</sup> Ежегодник Стандартов ASTM, Том 11.01.

<sup>3</sup> Ежегодник Стандартов ASTM, Том 05.02.

<sup>4</sup> Ежегодник Стандартов ASTM, Том 15.05.

<sup>5</sup> Опубликованы, как Руководство по Стандартам Измерения Нефти. Имеется в Американском институте нефти, 1220 L St., NW, Washington, DC 20005-4070.

(Практика ASTM D 4177)

MPMS Глава 10.2 Определение содержания воды в сырой нефти с помощью дистилляции (Метод испытаний ASTM D 4006)

### **3. Краткое испытание метода испытаний**

3.1 После гомогенизации сырой нефти с помощью миксера, ее аликвота титруется компонентом Карла Фишера в перемешанном растворителе до потенциометрической конечной точки.

### **4. Значение и использование**

4.1 Знание содержания воды в сырой нефти важно при очистке, покупке, продаже, или перевозке сырой нефти.

### **5. Помехи**

5.1 Ряд веществ и класс смесей, для которых характерны конденсация или окислительно-восстановительные реакции, мешают определению содержания воды в сырой нефти по методу Карла Фишера. Из таких веществ наиболее часто встречаются в сырых нефтях меркаптаны и сульфиды. При содержании менее 500 мкг/г (например, серы) погрешности, вносимые этими смесями в результаты измерений, незначительны. Дополнительная информация о веществах, мешающих определению содержания воды с помощью титрования (реагентом Карла Фишера), содержится в Методе испытаний E 203.

### **6. Аппаратура**

6.1 *Установка Карла Фишера*, с потенциометрической конечной точкой.  
Предлагаемый состав установки описан в Приложении A2.

6.1.1 На настоящий момент на рынке доступны установки Карла Фишера для

титрования, некоторые из которых автоматически останавливают титрование в конечной точке. Инструкции по работе этих устройств поставляются производителями и не приводятся в настоящем стандарте. Этот метод испытаний не предполагает использования кулонометрических титраторов Карла Фишера.

## 6.2 *Миксер*, для гомогенизации образца сырой нефти.

6.2.1 Безвоздушный высокоскоростной сдвиговый миксер<sup>6</sup>, способный пройти тест на эффективность гомогенизации, описанный в Приложении A1. Размеры образца задаются техническими требованиями к миксеру.

## 6.3 *Шприцы*:

6.3.1 Образцы и основную жидкость легче всего добавлять в сосуд для титрования с помощью калиброванных стеклянных шприцов с соединительными частями LUER и медицинскими иглами подходящей длины. Диаметр отверстия игл должен быть как можно меньше, но все же достаточно большим, чтобы избежать проблем, возникающих из-за противодействия/закупоривания при отборе образцов. Рекомендуются следующие размеры шприцов:

6.3.1.1 *Шприц*, 10 мкл, с иглой достаточно длинной для того, чтобы погрузить ее в основной раствор в ячейке во время процедуры стандартизации (см. Раздел 9).

6.3.1.2 *Шприцы*, 2.5 мл, 5 мл и 10 мл для образцов сырой нефти (см. Раздел 10).

6.3.1.3 *Шприц*, 20 мл или больше для растворителя образца.

## 7. **Реактивы и материалы**

7.1 *Чистота реактивов* - Во всех испытаниях следует использовать химически чистые реактивы. Если не указано иное, то предполагается, что все реактивы должны соответствовать техническим условиям Комитета по

<sup>6</sup> Следующие миксеры использовались в программе взаимодействия и были признаны приемлемыми для образцов до 300 мл; Ultra Turrax Model TP 18/10, доступны в Tekmar Co., P. O. Box 37202, Cincinnati, OH 45222; Brinkman Polytron Model PT 35, доступны в Brinkman Instruments Inc., Cantiagu Road, Westbury, NY 11590; и Kraft Apparatus Model S-25, SGA, Bloomfield, NJ.

аналитическим реактивам Американского химического общества, имеющего в своем распоряжении указанные технические условия<sup>7</sup>. Могут использоваться реактивы и других классов при условии, что предварительно установлено, что реактив имеет достаточно высокую чистоту, чтобы не снижать точность определения.

7.2 *Чистота воды* - Если не указано иное, то предполагается, что реагентная вода должна соответствовать Типу II Технических условий D 1193.

7.3 *1-Этилтиперидин* (99 + процентный). (**Предостережение**—Вызывает раздражение. Огнеопасен.)

7.4 *Реагент Карла Фишера*, стандартный реагент, содержащий пиридин (7.4.1) или безпиридиновый реагент (7.4.2).

7.4.1 *Раствор реагента Карла Фишера в этиленгликольмонометилэфире*, устойчивый, содержит пиридин, (1 мл = 5 мг воды)—Следует использовать свежий реагент Карла Фишера. Следует использовать с растворителем, описанным в 7.6.1. (**Предостережение**—Горючий. Избегайте вдыхания, попадания в пищу, попадания на кожу.)

7.4.2 *Не содержащий пиридин реагент Карла Фишера*, (однокомпонентный), разбавленный ксилолом—Разбавьте три части реагента Карла Фишера (однокомпонентного), не содержащего пиридин<sup>8</sup> (1 мл = 5 мг воды), одной частью ксилола. Используйте свежий реагент Карла Фишера. (**Предостережение**—см. 7.4.1) Следует использовать с растворителем, описанным в 7.6.2.

7.5 *Метанол (безводный)*, Не более 0.1 % воды, но желательно менее 0.05 % воды. (**Предостережение**—Огнеопасен. Испарения вредны для здоровья. При проглатывании или вдыхании может привести к летальному исходу или вызвать слепоту. Не может быть сделан неядовитым.)

<sup>7</sup> *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, Am. Chemical Soc., Washington, DC. Предложения по испытаниям реактивов, не числящихся в перечнях Американского Химического Общества, см. "Annual Standards for Laboratory Chemicals," BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia, and National Formulary*, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc., (USPC), Rockville, MD.

<sup>8</sup> Не содержащий пиридин реагент Карла Фишера и двухкомпонентный растворитель, которые использовались в программе взаимодействия и были признаны приемлемыми, доступны в Crescent Chemical Co., Inc., 1324 Motor Parkway, Hauppauge, NY 11788 под именем Hydranal, зарегистрированной торговой маркой Riedel

7.6 *Растворитель для образца*—Используйте растворитель, описанный в 7.6.1, для стандартного реагента Карла Фишера, содержащего пиридин, и описанный в 7.6.2 для реагента Карла Фишера, не содержащего пиридин.

7.6.1 *Растворитель для образца*—смешайте 40 мл 1-этилпиридина, 20 мл метанола и 40 мл реагента Карла Фишера в стеклянной бутылки с герметичным затвором. Подождите, пока смесь отстоится за ночь, и добавьте 200 мл ксилола. В некоторых случаях для правильного функционирования электродов может потребоваться дополнительное добавление метанола. (**Предостережение**—см. 7.3.)

7.6.2 *Растворитель для образца, с использованием реагентов, не содержащих пиридин*—Смешайте 3 части хлороформа и 1 часть растворителя, не содержащего пиридин, используя сольвентную часть двухкомпонентного реагента<sup>8</sup> (содержит SO<sub>2</sub> и непахучий амин, растворенный в метаноле), и поместите в стеклянную бутылку с герметичным затвором. Оценка ряда сырых нефтей показала, что использование ксилола вместо хлороформа не приводит к заметному изменению точности метода испытаний. (**Предостережение**—Огнеопасен. Испарения вредны для здоровья.) (Также см. 7.4.1.)

7.7 *Ксилол*, реагентный сорт. Менее 0.05 % воды.

7.8 *Хлороформ*, реагентный сорт. (**Предостережение**—Избегайте попадания в пищу или вдыхания. Канцероген. Вызывает раздражение кожи и глаз. При сгорании образует ядовитые пары.)

## 8. Образцы и отбор образцов

8.1 Отбор образцов определяется как все действия, требующиеся для получения аликвотного образца содержимого трубопровода, резервуара или другой системы, и для помещения образца в лабораторную испытательную емкость. Лабораторная испытательная емкость и объем образца должны быть достаточных размеров для процедуры перемешивания, описанной в 8.1.2.1.

---

<sup>8</sup>Dehaen—Смесь 5 и Hydranal—растворитель.

8.1.1 *Лабораторный образец*—Используйте для этого метода испытаний только типичные образцы, полученные как указано в Практике D 4057 (API MPMS Глава 8.1) и Практике D 4177 (API MPMS Глава 8.2).

8.1.2 *Образцы для испытаний*—Нижеприведенная процедура обращения с образцами должна применяться в дополнение к процедуре, описанной в 8.1.1.

8.1.2.1 Перемешайте образец непосредственно (в пределах 15 минут) перед испытанием, чтобы убедиться в его полной однородности. Перемешайте образец при комнатной температуре (25°C) в исходной емкости.

ПРИМЕЧАНИЕ 1—Образец следует перемешать при комнатной (25°C) или меньшей температуре. Перемешивание образца не должно приводить к увеличению температуры более чем на 10°C, иначе произойдет потеря воды. Тип миксера зависит от количества сырой нефти. Перед использованием любого неаттестованного миксера следует убедиться, что он удовлетворяет техническим условиям к испытанию на гомогенизацию, приведенному в Приложении A1. Следует заново проводить оценку миксера при любых изменениях сорта сырой нефти, ее количества или формы контейнера для образца.

8.1.2.1.1 Для небольших объемов образца, от 50 до 500 мл, требуется безвоздушный высокоскоростной сдвиговый миксер. Используйте такие величины времени перемешивания, скорости перемешивания и высоты над дном емкости, которые удовлетворяют требованиям Приложения A1. Очистите и высушите миксер в интервалах между испытаниями образцов.

8.1.2.2 Размер образца для испытаний выбирается, как показано в Таблице 1, на основании ожидаемого содержания воды.

**ТАБЛИЦА 1 Испытываемый Образец—**

**% содержания воды в зависимости от размера образца**

Ожидаемое содержание воды, %	Размер образца, г
0 - 0.3	5
0.3 - 1	2
1 - 2	1



## 9. Калибровка и стандартизация

9.1 Стандартизируйте реагент Карла Фишера не реже одного раза в день.

9.2 Добавьте в чистый сухой сосуд для титрования достаточно растворителя, чтобы электроды оказались полностью погруженными в него. Объем растворителя зависит от размера сосуда для титрования. Герметично закройте все отверстия в сосуде и запустите магнитную мешалку в режиме спокойного помешивания. Включите измерительный контур и настройте потенциометр таким образом, чтобы получить контрольную точку при токе примерно 1 мкА. Добавьте в растворитель такое количество реагента Карла Фишера, чтобы стрелка отклонилась от контрольной точки. Сначала стрелка отклонится из-за локальной концентрации непрореагировавшего реагента вблизи электродов, но вскоре вернется в окрестность контрольной точки. При приближении к конечной точке стрелка будет возвращаться все медленнее после каждого добавления реагента Карла Фишера. Конечная точка титрования будет достигнута, когда после добавления всего одной капли реагента стрелка остается отклоненной не меньше чем на 1 мкА в течение не менее 30 с. Вращайте сосуд для титрования, чтобы высушить его внутренние стенки. При необходимости добавляйте еще реагент Карла Фишера до тех пор, пока не будет достигнута устойчивая по крайней мере на 30 с. конечная точка.

9.3 Стандартизируйте реагент Карла Фишера дистиллированной водой по одному из следующих методов:

9.3.1 Добавьте к растворителю для образца, приведенному в условия конечной точки титрования, 1 каплю дистиллированной воды (около 20 мг) из наполненной водой градуированной по весу пипетки или шприца, вес которого предварительно определен с точностью до 0.1 мг, и взвесьте шприц снова. Запишите вес добавленной воды. Титруйте воду реагентом Карла Фишера, добавляя его из бюретки, до тех пор, пока устойчивая конечная точка не будет достигнута в течение не менее 30 секунд. Запишите объем реагента Карла Фишера, потребовавшегося для достижения конечной точки, с точностью до 0.01 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ 2—После добавления воды не трясите ячейку.

ПРИМЕЧАНИЕ 3—Протирайте иглу осторожно, чтобы не допустить вытекания жидкости через кончик иглы.

9.3.2 Заполните 10-мкл шприц водой, следя за тем, чтобы устранить пузырьки воздуха, протрите иглу бумажной салфеткой для удаления оставшейся на игле воды и точного определения веса шприца с водой с точностью до 0.1 мг. Добавьте содержимое шприца к растворителю образца в ячейке, установленному в конечной точке, следя за тем, чтобы кончик иглы был погружен в растворитель для образца. Немедленно вновь герметично закройте сосуд. Удалите с иглы растворитель, протерев ее бумажной салфеткой, и снова взвесьте шприц с точностью до 0.1 мг. Титруйте воду реагентом Карла Фишера, как описано в 9.3.1.

9.4 Вычислите водный эквивалент реагента Карла Фишера следующим образом:

$$F = W/T \quad (1)$$

где:

$F$  = водный эквивалент реагента Карла Фишера, мг/мл,

$W$  = добавленная вода, мг, и

$T$  = количество реагента, требующееся для титрования добавленной воды, мл.

9.5 Повторно измеренные значения водного эквивалента должны отличаться не более чем на 2 %. Если разница между двумя титрованиями превышает 2 %, откажитесь от содержимого сосуда для титрования. Введите следующую порцию растворителя для образца в сосуд и повторите процедуру стандартизации. Если титрования двух последующих порций дистиллированной воды все равно будут отличаться более чем на 2 %, вероятно, что либо у реагента Карла Фишера, либо у растворителя для образца, либо у обоих, истек срок годности. Замените их свежими реагентами и повторите калибровку и стандартизацию.

9.6 Определите и запишите среднее значение водного эквивалента.

## 10. Процедура

10.1 Добавьте свежий растворитель для образца в сосуд для титрования и приведите растворитель в условия конечной точки, как описано в 9.2.

10.2 Добавьте сырую нефть в сосуд для титрования сразу после перемешивания, описанного в 8.1.2.1, при помощи одного из следующих методов:

10.2.1 Взяв чистый сухой шприц (10 или 5 мл), два раза прополощите его образцом, после чего выкиньте использованную для этого часть образца. Извлеките требуемое количество образца и избавьтесь от пузырьков воздуха. Взвесьте шприц с точностью до 0.1 мг. Введите образец в сосуд для титрования, очистите иглу бумажной салфеткой, и еще раз взвесьте шприц. Титруйте образец до тех пор, пока устойчивая конечная точка не будет достигнута по крайней мере на 30 с., и запишите объем реагента Карла Фишера с точностью до 0.01 мл (см. Примечание 2 и Примечание 4).

ПРИМЕЧАНИЕ 4—Растворитель следует заменить, если содержание образца превышает 2 г сырой нефти на 15 мл растворителя или если приходится добавлять в сосуд для титрования 4 мл титрованного раствора на 15 мл растворителя.

10.2.2 При испытании вязкой сырой нефти добавьте образец в чистую сухую капельницу и взвесьте капельницу с сырой нефтью. Быстро добавьте из капельницы требуемое количество образца в сосуд для титрования. Снова взвесьте капельницу. Титруйте образец, как описано в 10.2.1.

ПРИМЕЧАНИЕ 5—После добавления образца не трясите ячейку.

## 11. Вычисления

11.1 Вычислите содержание воды в образце следующим образом:

$$\text{вода, масса \%} = CF/W(10) \quad (2)$$

где:

$C$  = количество реагента Карла Фишера, необходимое для титрования образца, мл,

$F$  = водный эквивалент реагента Карла Фишера, мг/мл,

$W$  = использованный образец, г, и

10 = множитель для пересчета в проценты

## 12. Точность и смещение<sup>9</sup>

12.1 Точность настоящего метода, в соответствии со статистическим исследованием результатов испытаний во многих лабораториях:

12.1.1 *Сходимость* - Разность между последовательными результатами, полученными одним и тем же работником на одной и той же аппаратуре при одинаковых условиях эксплуатации с использованием одних и тех же испытуемых материалов не должна в течение продолжительного отрезка времени и при нормальной и правильной эксплуатации превышать нижеприведенные значения чаще чем в одном случае из двадцати. (см. Таблицу 2)

12.1.1.1 *Стандартные реагенты Карла Фишера:*

$$r = 0.034 (X^{1/3}) \quad (3)$$

12.1.1.2 *Реагенты Карла Фишера, не содержащие пиридина:*

$$r = 0.032 (X^{1/3}) \quad (4)$$

где:

$X$  = среднее по выборке от 0.0 до 2 %.

12.1.2 *Воспроизводимость*—Разность между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными различными работниками в разных лабораториях на идентичном материале, не должна в течение продолжительного отрезка времени превышать нижеприведенные значения чаще чем в одном случае из двадцати.

**ТАБЛИЦА 2 Интервалы точности<sup>A</sup>**

Процент воды по массе %	Стандартные реагенты Карла Фишера		Реагенты, не содержащие пиридина	
	$r$	$R$	$r$	$R$
0.05	0.013	0.041	0.012	0.035
0.1	0.016	0.052	0.015	0.044
0.3	0.023	0.074	0.021	0.064
0.5	0.027	0.088	0.025	0.075
0.7	0.030	0.099	0.028	0.084
1.0	0.034	0.111	0.032	0.095
1.3	0.037	0.121	0.035	0.104
1.5	0.039	0.127	0.037	0.109

<sup>9</sup> Подтверждающая информация имеется в штаб-квартире ASTM. Запрос RR:D02-1173.

1.7	0.041	0.132	0.038	0.113
2.0	0.043	0.140	0.040	0.120

<sup>A</sup> r = сходимость и R = воспроизводимость

12.1.2.1 Стандартные реагенты Карла Фишера:

$$R = 0.111(X^{1/3}) \quad (5)$$

12.1.2.2 Реагенты Карла Фишера, не содержащие пиридина:

$$R = 0.095 (X^{1/3}) \quad (6)$$

где:

$X$  = среднее по выборке от 0.00 до 2 %.

12.2 Систематическая погрешность:

12.2.1 При сравнении с результатами метода испытаний D 4006 (API MPMS Глава 10.2), не было обнаружено существенной систематической погрешности.

12.2.2 В соответствии с теоретической стехиометрией погрешности от меркаптановой серы составляют от 1 до 0.28, то есть 1000 мкг/г (промилле) меркаптановой серы могут вызвать погрешность, эквивалентную наличию 280 мкг/г (промилле) (0.03 % массы) воды в образце при этом методе испытаний. Оценки обоснованности корректировки результатов измерений содержания воды для известного уровня меркаптановой/сульфидной серы не проводились.

## ДОПОЛНЕНИЯ

(Обязательная информация)

### А1. ЭФФЕКТИВНОСТЬ ГОМОГЕНИЗАЦИИ НЕАТТЕСТОВАННЫХ МИКСЕРОВ

А 1.1 Перед использованием любого неаттестованного миксера необходимо оценить его эффективность гомогенизации. В этом испытании следует использовать сорт сырой нефти, размер образца, и емкость для образца, на которые рассчитан данный миксер. Прежде, чем проводить это испытание, следует убедиться, что удовлетворены спецификации этого метода испытаний, и любые изменения процедуры перемешивания должны заново проверяться на соответствие этому испытанию. Сырая нефть, используемая в этом испытании, должна быть

сухой (менее 0.1 % воды).

A1.2 Взвесьте емкость для образца с точностью до 0.01 г. Наполните емкость наполовину (или до обычно используемого уровня) сырой нефтью. Погрузите миксер в сырую нефть так, чтобы дно миксера было на 5мм выше дна емкости, и перемешайте сырую нефть на такой скорости и в течение такого времени, какие вы собираетесь использовать. Рекомендуемое время перемешивания – между 1 и 5 мин. при скорости миксера от 5 до 7 тысяч оборотов в минуту. Немедленно повторно определите содержание воды в дубликate образца (10.1) сухой сырой нефти. Получите среднее результатов для дубликатов.

A1.3 Взвесьте емкость с сырой нефтью с точностью до 0.01 г. Погрузите миксер в сырую нефть, как указано в A1.2. Зная вес сырой нефти, добавьте столько воды, сколько требуется для увеличения содержания воды на 1 % выше основного уровня, найденного в A1.2. Из предварительно взвешенного (с точностью до 0.1 мг) наполненного водой шприца введите воду под поверхность сырой нефти около входного отверстия миксера. Взвесьте шприц еще раз (с точностью до 0.1 мг) и определите количество добавленной воды. Сотрите с иголки оставшуюся на ней нефть перед взвешиванием. Перемешайте образец таким же образом, как в A1.2. Определите содержание воды сразу после перемешивания. Возьмите образец сырой нефти с уровня чуть ниже поверхности.

A 1.4 Не перемешивая сырую нефть дополнительно, определите содержание воды в ней через 15 и 30 минут после исходного перемешивания в A1.3.

A1.5 Перемешайте образец еще раз таким же образом, как в A1.2. Сразу после перемешивания определите содержание воды в дубликate.

A 1.6 Величины содержания воды в сырой нефти, определенные в A1.3, A1.4, и A1.5 за вычетом среднего значения, определенного в A1.2, должны согласовываться в пределах 0.05 % от содержания добавленной воды и между собой. Если они не согласуются, то следует повторить испытание, меняя время перемешивания, скорость перемешивания или высоту миксера в сырой нефти, или комбинацию этих параметров, до тех пор, пока эти условия не удовлетворены.

## А2. АППАРАТУРА

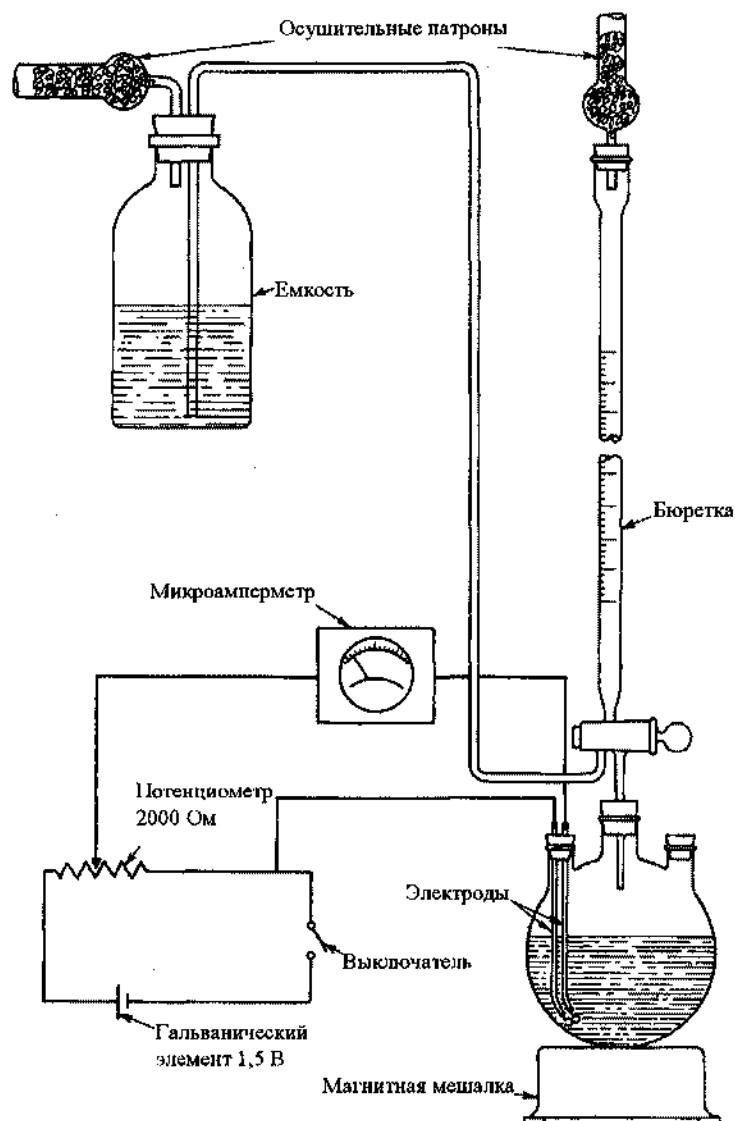
### А2.1 Титровальный агрегат

А2.1.1 Агрегат для титрования (Рис. А2.1) должен включать в себя следующее:

А2.1.1.1 *Бюретка*—10-мл бюретка, проградуированная с ценой деления 0.05 мл и помещенная внутри трехходового крана. Некоторые смазки, используемые в кранах, подвержены воздействию реагента Карла Фишера.

А2.1.1.2 *Резервуар для реагента*—стеклянная бутылка подходящих размеров.

А2.1.1.3 *Мешалка*, магнитная мешалка.



**РИС. А2.1 Агрегат для определения содержания воды с помощью реагента Карла Фишера**

A2.1.1.4 *Колба для титрования*, трехгорлая колба емкостью примерно 500 мл.

A2.1.1.5 Соберите аппарат, как показано на Рис. A2.1. Следует принять все возможные меры предосторожности для предотвращения поглощения влаги из атмосферы. Щели между стеклом и пробками должны быть запечатаны подходящим герметизирующим веществом, а необходимые отверстия защищены использованием осушительных патронов, содержащих безводный сульфат кальция.

## A2.2 Электрический контур

A2.2.1 Электрический контур (Рис. A2.1) должен включать в себя:

A2.2.1.1 *Микроамперметр*, микроамперметр, измеряющий постоянный ток в диапазоне от 0 до 50  $\mu\text{A}$ , внутреннее сопротивление этого микроамперметра должно быть примерно 1500 Ом.

A2.2.1.2 *Гальванический элемент*, сухая батарея на 1.5V.

A2.2.1.3 *Электроды*—Подходящие электроды (Рис. A2.2) могут быть сделаны следующим образом. Впаяйте кусок платиновой проволоки длиной примерно 25 мм (1 дюйм) (диаметр проволоки от 0.3 до 0.8 мм (от 0.01 до 0.03 дюймов)) в маленькую трубку из легкоплавкого стекла длиной примерно 160 мм. Примерно 7.1 мм (0.28 дюйма) проволоки должно быть внутри трубки за запайкой и примерно 15.2 мм (0.60 дюйма) снаружи запайки. Слегка изогните стеклянную трубку в точке примерно от 20 до 30 мм над запайкой, как показано на Рис. A2.2.



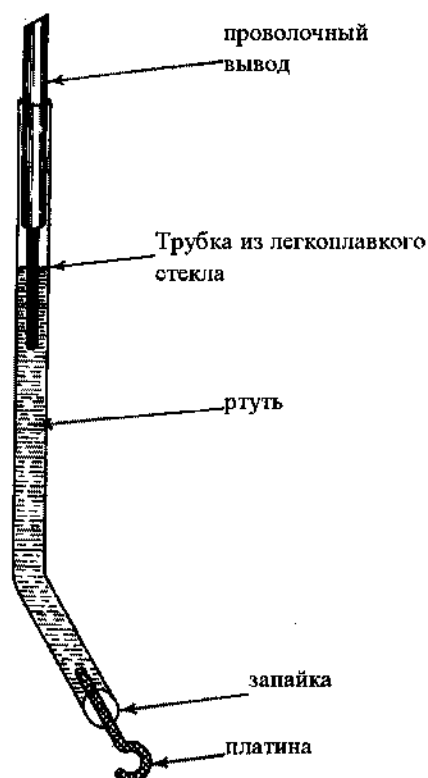


РИС. А2.2 Электрод

На конце платиновой проволоки сделайте маленькую петлю диаметром примерно 6.4 мм (0.25 дюйма). Поместите в трубку достаточное количество ртути для обеспечения контакта между концами проволок, чтобы замкнуть контур. Требуется два электрода. Следите за тем, чтобы вокруг запайки не появились трещины, что сделает электроды бесполезными.

A2.2.1.4 *Потенциометр (реостат)*, потенциометр с сопротивлением 2000 Ом.

A2.2.1.5 Соберите контур как показано на Рис. А2.1.

*ASTM International не занимает никакой позиции относительно действия каких-либо патентных прав, заявленных в связи с любым предметом, упомянутым в данном стандарте. Мы в явной форме информируем потребителей данного стандарта, что определение действия таких патентных прав и риск нарушения таких прав целиком возлагается на них самих.*

*Данный стандарт может быть пересмотрен в любой момент отвечающим за него техническим комитетом и должен быть пересмотрен каждые пять лет и если не был изменен, то должен быть либо отменён, либо срок его действия должен быть продлён. Мы с готовностью примем Ваши комментарии по вопросу пересмотра данного стандарта или разработки дополнительных стандартов; комментарии следует направлять в штаб-квартиру ASTM International. Ваши комментарии будут внимательно изучены на собрании ответственного технического комитета, на котором можете присутствовать и Вы. Если Вы сочтёте, что Ваши комментарии не получили справедливого заслушивания, то Вам следует доложить свои взгляды Комитету ASTM по стандартам, по нижеуказанному адресу.*

*Права на данный стандарт принадлежат ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, POBox C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Отдельные печатные экземпляры (одна или несколько копий) данного стандарта могут быть получены путем обращения в ASTM по указанному выше адресу или по телефонам 610-832-9585 (голос), 610-832-9555 (факс), или [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (электронная почта); или через Веб-сайт ASTM ([www.astm.org](http://www.astm.org)).*