



Определение воды в нефтепродуктах, смазочных маслах и присадках кулонометрическим титрованием по методу Карла Фишера¹

Этот стандарт выпущен под обозначением D 6304; номер, следующий сразу после обозначения, указывает год утверждения или, в случае пересмотра, год последнего пересмотра. Номер в круглых скобках указывает год последнего переодобрения. Верхний индекс указывает на изменения передовой статьи, начиная с последнего пересмотра или переодобрения.

1. Область действия *

1.1 Этот метод предусматривает прямое определение воды, содержащейся в нефтепродуктах и углеводородах, в диапазоне концентраций от 10 до 25 000 мг/кг, с помощью автоматизированной аппаратуры. Этот метод тестирования также предусматривает косвенный анализ воды, термически удаленной из образцов, и перенесенной сухим инертным газом в ячейку титрования Карла Фишера. Известно, что в этом методе (см. раздел 5) меркаптан, сульфид (S^{2-} или H_2S), сера, и другие компоненты определяются как примеси.

1.2 Этот метод предназначен для определения воды в присадках, смазочных маслах, сырой нефти, трансмиссионных жидкостях, углеводородных органических растворителях, и других нефтепродуктах, с помощью имеющихся в продаже кулонометрических реагентов Карла Фишера. Этот метод позволяет определить концентрацию воды от мг/кг до процентного уровня концентрации при определенном точном объеме образца.

1.3 Величины, заявленные в единицах СИ должны расцениваться как стандартные.

1.4 В этом стандарте не рассматриваются вопросы безопасности, если таковые вообще имеются, связанные с его использованием. Ответственность по всем вопросам безопасности возлагается на потребителя этого стандарта. Установка соответствующего уровня безопасности и методы защиты здоровья, учет и исправление недостатков должны быть определены до использования данного метода.

2. Справочные Документы

2.1 ASTM Стандарты:

D 1193 Спецификация для реагента воды²

D 1298 Метод определения плотности, удельного веса, или силы тяжести сырой нефти и жидких нефтепродуктов ареометром³.

D 4052 Метод исследования плотности и относительной плотности жидкостей цифровым измерителем плотности⁴.

D 4057 Методы ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов⁴.

D 4177 Методы автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов⁴.

D 5854 Методы смешивания и переноса жидких образцов нефти и нефтепродуктов⁵.

E 203 Метод определения воды с использованием объемной титрации Карла Фишера⁶.

3. Краткое изложение метода измерения

3.1 Определенное количество йода вводится в ячейку титрования кулонометрической установки Карла Фишера, в которой кулонометрическая реакция Карла Фишера проходит на аноде. После того как вся вода титровалась, избыточный йод обнаруживается электрометрическим детектором и титрование завершается. Метод основан на реакции стехиометрии, в которой 1 моль йода взаимодействует с 1 молем воды; таким образом, согласно закону Фарадея количество связанной (титрованной) воды пропорционально интегрированному потоку электричества, прошедшему через образец.

3.2 Введение образца может быть сделано или массой или объемом.

3.3 Вязкие образцы могут быть проанализированы с использованием прибора для испарения воды, который нагревает образец в камере выпаривания. Выпаренная вода переносится в ячейку титрования Карла Фишера носителем – сухим инертным газом.

4. Значение и Использование

4.1 Знание количества содержания воды в смазочных маслах, присадках, и подобных продуктах важно в производстве, закупке, продаже, или их перевозке, что помогает в определении их качества и рабочих характеристик.

4.2. Для смазочных масел, присутствие влаги может привести к преждевременной коррозии и износу, увеличению нагрузки микроскопическими обломками, что приводит к уменьшению смазывающей способности и преждевременной закупорке фильтров, к импедансу эффекта присадок, и нежелательному росту вредных бактерий.

5. Примеси

5.1 На определение количества воды методом титрования Карла Фишера влияют вещества и классы компонентов, вступающие в реакции окисления-восстановления. В нефтепродуктах чаще всего встречаются такие примеси, как меркаптан и

¹ Этот метод измерения находится под юрисдикцией Комитета ASTM D02 по Нефтепродуктам и Смазочным материалам и является прямой ответственностью Подкомиссии D02.02 по Измерениям Статических Нефтепродуктов.

Текущее издание одобрено 10 июля 2003. Издано в сентябре 2003. Первоначально одобренный в 1998. Последнее предыдущее издание, одобрено в 2000 как D 6304-00.

² Ежегодная Книга Стандартов ASTM, Том 11.01.

³ Ежегодная Книга Стандартов ASTM, Том 05.01.

⁴ Ежегодная Книга Стандартов ASTM, Том 05.02.

⁵ Ежегодная Книга Стандартов ASTM, Том 05.03.

⁶ Ежегодная Книга Стандартов ASTM, Том 15.05.