

Определение содержания воды в нефтепродуктах. ГОСТ Р 54281, ISO 12937, ASTM D6304

ГОСТ Р 54281, ISO 12937ASTM D6304. Стандартный метод определения влаги в нефтепродуктах, смазочных маслах и присадках кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру.

Методика определения содержания влаги в нефтепродуктах кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру на титраторах МКС-501, МКС-520, МКС-610 производства компании Киото Электроникс, Япония.

1. Процедура измерения.

1.1. Предварительное титрование.

В случае наличия в титраторе диафрагмы, разделяющей анодное и катодное пространство ячейки, в последнюю залить соответственно анодный и катодный реагенты Карла Фишера. В случае отсутствия диафрагмы в титраторе залить около 20-30 мл растворителя (реагента Карла Фишера) в титрационную ячейку. Затем титровать содержимое ячейки «до сухости», т. е. до связывания всей влаги, содержащейся в растворителе. Для этого нажать кнопку "Pre-Titr." и проводить титрование до появления на дисплее сообщения «Stable».

1.2. Титрование влаги в образце.

Взять шприц на 5 мл, заполнить его образцом, заткнуть иглу резиновой заглушкой (годится септа из комплекта титратора КЕМ), взвесить на весах с точностью до 0,0001 г. Нажать кнопку «Start» на панели управления титратора. Затем ввести образец в ячейку, проколов септу, расположенную в верхней части ячейки, и опустив конец иглы шприца ниже уровня жидкости в ячейке. Снова нажать клавишу «Start». Взвесить шприц без образца. Дождаться завершения анализа. Записать в титратор массы шприца с образцом (W1) и без образца (W2). Нажать клавишу [∫]. На дисплее отобразится результат измерения.

Количество образца, отбираемого шприцем, выбирается в связи с нижеприведенной таблицей:

Содержание воды в пробе	Масса пробы
10 %	0.05 г
1 %	0.2 г
0.1 %	2 г
0.01 %	5 г
0.001 %	10 г
0.0001 %	10 г

1.3. Поверка. См. методику поверки на титратор. Процедура поверки проводится путем ввода в титрационную ячейку дистиллированной воды в объеме 10 мкл из шприца на 10 мкл аналогично описанному в п. 1.2.

Описание	Кулонометрическое титрование позволяет определять содержание влаги в образце в диапазоне от 1 ppm до 5%.
Принцип	Метод основан на количественном связывании присутствующей в образце влаги реагентом Карла Фишера.
Особенности	<p>1 - Реагент Фишера генерируется в титрационном растворе под действием электрического тока в ходе титрования.</p> <p>2 – Кулонометрический метод является абсолютным методом, т. е. стандартизация применяемого реактива Карла Фишера не требуется.</p> <p>3 – В случае измерения содержания влаги <50 ppm используется титратор с диафрагмой (МКС-501D), в случае >50 ppm – титратор без диафрагмы (МКС-501N).</p>
Основное оборудование	<ul style="list-style-type: none"> - Титраторы МКС-501, МКС-520, МКС-610. - Шприц на 10 мкл для ввода воды. - Шприц на 5 мл для ввода образца. - Весы точностью до 0,0001 г.
Реагенты	Реагенты Карла Фишера Hydranal Coulomat AG (анодный) + Hydranal Coulomat CG (катодный) либо аналоги
Метод	Кулонометрическое титрование по Карлу Фишеру

Ссылки

1. Руководство к титраторам МКС-501, МКС-520, МКС-610.
2. Руководство по реактивам «Hydranal» компании Riedel-de-Haen.
3. Описание к стандарту влаги 0,01% производства компании Riedel-de-Haen.
4. **ASTM D6304.** Стандартный метод определения влаги в нефтепродуктах, смазочных маслах и присадках кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру.