

Определение содержания воды. ASTM E203, ASTM D 4377

ASTM E203. Стандартный метод определения влаги с использованием волюметрического титрования по Карлу Фишеру.

Методика определения содержания влаги в нефтепродуктах волюметрическим титрованием по Карлу Фишеру на титраторах MKS-500, MKS-520, МКА-610 производства компании Киото Электроникс, Япония.

1. Процедура измерения.

1.1. Предварительное титрование.

В бюретку залить реагент Карла Фишера, являющийся титрантом, а в титрационную ячейку залить около 20-30 мл реагента Карла Фишера, являющегося растворителем. Затем титровать содержимое ячейки «до сухости», т. е. до связывания всей влаги, содержащейся в реагенте Карла Фишера. Для этого нажать кнопку "Pre-Titr." и проводить титрование до появления на дисплее сообщения «Stable». По окончании процесса на дисплее титратора появляется сообщение «Введите образец» (или «Inject sample», в зависимости от типа титратора).

1.2. Стандартизация реактива Карла Фишера.

Стандартизация реактива Карла Фишера производится согласно описанию в руководстве на титратор.

Следует взять шприц, заполнить его образцом (стандарт влаги 0,01% производства компании Riedel-de-Haen в объеме 10 мл), заткнуть иглу резиновой заглушкой, взвесить на весах с точностью до 0,0001 г. Нажать кнопку «Start» на панели управления титратора. Затем ввести образец после извлечения из ячейки боковой стеклянной пробки, по возможности, 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 [ç]. На дисплее отобразится результат измерения. Полученное значение титра автоматически записывается в память титратора.

1.3. Определение содержания влаги в образце.

Определение содержания влаги в образце производят, вводя образец в титрационную ячейку способом, аналогичным описанному в п. 1.2.

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

Содержание воды в пробе	Масса пробы
100 %	0.05 г
10 %	0.5 г
1 %	5 г
0.1 %	10 г
0.01 %	10 г

1.4. Поверка. См. методику поверки на титратор. Процедура поверки проводится путем ввода шприцем на 10 мл в титрационную ячейку стандарта влаги 0,01% производства компании Riedel-de-Haen в объеме 3 мл аналогично описанному в п. 1.2.

Таблица 1. Параметры для титрования, вводимые в титраторы.

Описание	Волюметрическое титрование позволяет определять содержание влаги в образце в диапазоне от 100 ppm до 100%. Описанным способом можно обнаружить содержание влаги в следующих образцах: сырая нефть, тяжелая нефть, смазочные и минеральные масла.
Принцип	Метод основан на количественном связывании присутствующей в образце влаги реагентом Карла Фишера.
Особенности	Измерение следует проводить в хорошо вентилируемой комнате.
Основное оборудование	<ul style="list-style-type: none"> - Титраторы MKS-500, MKS-520, МКА-610. - Шприц на 10 мл для ввода водно-метанольного стандарта. - Шприц на 5 мл для ввода образца. - Весы точностью до 0,0001 г.

Реагенты	Титрант: Hydranal Composite 5 либо аналог. Растворитель: метанол.
Метод	Волюметрическое титрование по Карлу Фишеру
Ссылки	<ol style="list-style-type: none">1. Руководства к титраторам MKS-500, MKS-520, МКА-610.2. Руководство по реактивам «Hydranal» компании Riedel-de-Haen.3. Описание к стандарту влаги 0,01% производства компании Riedel-de-Haen.4. ASTM E203-08. Стандартный метод определения влаги с использованием волюметрического титрования по Карлу Фишеру.