



中华人民共和国国家标准

GB/T 11133—2015
代替 GB/T 11133—1989

石油产品、润滑油和添加剂中水含量的 测定 卡尔费休库仑滴定法

Standard test method for determination of water in petroleum products,
lubricating oils, and additives—Coulometric Karl Fischer titration method

2015-12-31 发布

2016-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 11133—1989《液体石油产品水含量测定法(卡尔·费休法)》，与 GB/T 11133—1989 相比主要技术变化如下：

- 标准名称由“液体石油产品水含量测定法(卡尔·费休法)”改为“石油产品、润滑油和添加剂中水含量的测定 卡尔费休库仑滴定法”；
- 测量方法由卡尔费休容量法改为卡尔费休库仑法；
- 扩大了方法的水含量测定范围(见第 1 章)；
- 增加了对方法测定干扰因素的分析内容(见第 4 章)；
- 增加了根据样品预计水含量选择试样进样量的表(见表 1)；
- 删除了 GB/T 11133—1989 中卡尔费休试剂的配制和标定内容(见 1989 年版的 7.2 和 7.5)；
- 增加了方法的校准和标准化内容(见第 9 章)；
- 将试验步骤分为 A、B、C 三个步骤，增加了步骤 B 体积直接滴定法和步骤 C 水分蒸发器间接滴定法(见第 11 章和第 12 章)；
- 增加了质量控制检查内容(见第 13 章)；
- 修改了水含量结果计算公式(见第 14 章，1989 年版的 8.3)；
- 修改了方法的精密度，并增加了偏差的内容(见第 15 章，1989 年版的第 9 章)；
- 修改了报告的内容(见第 16 章，1989 年版的第 10 章)；
- 修改了附录 A 的内容，将 GB/T 11133—1989 的技术内容作为资料性附录予以补充，以方便使用(见附录 A，1989 年版的附录 A)；
- 修改了附录 B 的内容，删除了 GB/T 11133—1989 的附录 B 双铂指示电极的制作和维护(见 1989 年版的附录 B)，增加了水含量分析的帮助提示信息。

本标准使用重新起草法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D6304-07《石油产品、润滑油和添加剂中水含量测定法(卡尔费休库仑滴定法)》。

本标准与 ASTM D6304-07 的主要差异如下：

- 在第 2 章规范性引用文件中引用了我国相应的国家标准和行业标准；
- 在第 5 章仪器中增加了 5.4 天平的要求；
- 修改了 ASTM D6304-07 的 7.2 和 7.5 中对二甲苯和正己烷试剂的水含量的要求(见 6.2 和 6.4)；
- 增加了 6.3.3 对单组分卡尔费休电解液的要求；
- 在第 8 章仪器准备中增加了 8.4 单组分卡尔费休电解液的使用；
- 增加了附录 A 的内容，给出了 GB/T 11133—1989 的技术内容，以方便使用。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC 280/SC 1)归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司润滑油分公司。

本标准主要起草人：周波、田德盈。

本标准于 1989 年首次发布。本次为第一次修订。

引 言

在润滑油、添加剂和类似产品的生产、采购、销售和运输中,了解其水含量的大小对于预测油品的质量和性能特点有很大的帮助。

对润滑油产品而言,微量水的存在将导致设备过早的腐蚀和磨损,由此增多的磨屑会导致润滑效果的下降和过滤器的过早堵塞。另外,微量水的存在还会阻碍添加剂的功效发挥,并有助于有害细菌的生长。

石油产品、润滑油和添加剂中水含量的测定 卡尔费休库仑滴定法

警告——本标准的应用可能涉及某些有危险性的材料、操作和设备,但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本标准前有责任制定相应的安全和保护措施,并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本标准规定了使用自动滴定仪直接测定石油产品和烃类化合物中水含量的方法。直接滴定法测定水含量范围为 10 mg/kg~25 000 mg/kg。本标准也规定了间接测定样品水含量的方法,通过加热的方法,分离出试样中的水分,并由干燥的惰性气体载入到卡尔费休滴定仪中分析。硫醇、硫化物、硫和其他化合物对试验方法的干扰见第 4 章。

本标准适用于采用市售卡尔费休库仑试剂测定添加剂、润滑油、基础油、自动传动液、烃类溶剂和其他石油产品中的水含量。通过选择合适的试样进样量,本标准的水含量测定范围从毫克/千克水平到质量百分含量水平。

注:采用卡尔费休容量法测定液体石油产品水含量的方法参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)(GB/T 1884—2000,eqv ISO 3675:1998)

GB/T 1885 石油计量表(GB/T 1885—1998,eqv ISO 91-2:1991)

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法(U形振动管法)(SH/T 0604—2000,eqv ISO 12185:1996)

ASTM D5854 混合和处理石油和液体石油产品样品的标准操作规范(Practice for Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products)

ASTM E203 卡尔费休容量法测定水含量的标准方法(Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration)

3 方法概要

3.1 将一定量的试样加入到卡尔费休库仑仪的滴定池中,滴定池阳极生成的碘与试样中的水根据反应的化学计量学,按 1:1 的比例发生卡尔费休反应。当滴定池中所有的水反应消耗完后,滴定仪通过检测过量的碘产生的电信号,确定滴定终点并终止滴定。因此依据法拉第定律,滴定出的水的量与总积分电流成一定比例关系。

3.2 试样进样量的计量单位可以是质量单位或体积单位。

3.3 黏度大或是存在干扰反应的试样可使用水分蒸发器进行测量。将试样加入到水分蒸发器中加热,