

Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen
Bestimmung des Salzgehaltes

DIN
51576

ICS 75.080

Ersatz für DIN 51576:1983-04

Testing of mineral oil hydrocarbons – Determination of salt content

Essais huiles minérales hydrocarbonées – Détermination de la teneur
en sel

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 642 Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen des Fachausschusses Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN ausgearbeitet.

Fortsetzung Seite 2 bis 11

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Diese Norm ist aufgestellt in Anlehnung an IP 77/72(96) [1] des Institute of Petroleum (IP) und ist diesem Verfahren technisch gleichwertig.

Die Norm weicht von IP 77/72(96) in folgenden Punkten ab:

- a) Die Stellenanzahl für die Angabe der Ergebnisse ist auf die Präzision für die Wiederholbarkeit abgestimmt.
- b) Auf eine Präzisionsangabe in Gewicht je Volumen wurde verzichtet, da die Dichte der untersuchten Probe sehr unterschiedlich sein kann.
- c) Das Wasser wird nicht wie bei IP 77/72(96) zugegeben, sondern innerhalb von 30 min zugetropft.
- d) Gegenüber IP 77/72(96) wurde zusätzlich die potentiometrische Titration mit aufgenommen.

Außer den in dieser Norm genannten Bestimmungsverfahren kann der Salzgehalt in Rohölen für interne Untersuchungen sehr schnell und ohne großen apparativen Aufwand durch die Messung der Leitfähigkeit bestimmt werden. Ein genormtes Verfahren dieser Art, das sich sehr gut für Routineanalysen eignet, wird in ASTM D 3230-99 „Standard test Method for Salts in Crude Oil (Electrometric Method)“ beschrieben.

Änderungen

Gegenüber DIN 51576:1983-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Norm redaktionell überarbeitet und aktualisiert.
- b) Die Durchführung wird nach Massenanteil an Wasser ($\leq 2\%$ (m/m) oder $> 2\%$ (m/m)) unterschieden.
- c) Norm an Überarbeitung der als Grundlage dienenden IP 77/72(96) angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN 51576: 1959-09, 1965-07, 1968-02, 1975-03, 1983-04

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Salzgehaltes in Mineralöl-Kohlenwasserstoffen fest. Die Bestimmung ist notwendig, weil mit Salz verunreinigte Mineralöl-Kohlenwasserstoffe Korrosionen und Betriebsstörungen verursachen können.

Diese Norm gilt für Rohöle, Krackrückstände, Heizöle und verwandte Erzeugnisse, sowie gebrauchte Turbinenöle, Schiffsdiesel- und Schiffsheizöle, die mit Salzwasser oder Seewasser verunreinigt sind.

Das Verfahren nach dieser Norm ist bei jedem Wassergehalt und bei Massenanteilen an Natriumchlorid (NaCl) über 10 mg/kg anwendbar. Für Mineralölerzeugnisse mit einem Massenanteil an Wasser über 2 % (m/m) sind jedoch die Angaben in 11.1.3 besonders zu beachten.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm gibt nicht vor, alle mit Ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 51750-1, *Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Allgemeines.*

DIN 51750-2, *Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Flüssige Stoffe.*

DIN 51769-5, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen – Bestimmung des Bleigehaltes (Gesamtblei) von Ottokraftstoffen – Komplexometrisches Verfahren.*

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse – Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:1992 + Cor 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995.*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987.*

ISO 385-1:1984, *Laboratory glassware – Burettes – Part 1: General requirements.*

ISO 3819:1985, *Laboratory glassware – Beakers.*

3 Begriff

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff:

3.1

Salz

wasserlösliche Halogenide, berechnet als Massenanteil an Natriumchlorid.

4 Einheit

mg/kg oder %, um Massenanteile an Natriumchlorid auszudrücken.

5 Kurzbeschreibung

Die mit Lösemitteln verdünnte Probe wird mit Wasser und einem Demulgator extrahiert. In dem Extrakt werden die wasserlöslichen Halogenide analytisch bestimmt. Hierzu wird die Fällungstiteration oder die potentiometrische Titration angewendet. Wenn der Extrakt Sulfide enthält, müssen diese vor dem Titrieren entfernt werden.

6 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Salzgehaltes mittels Fällungstiteration (A):

Prüfung DIN 51576-A

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Salzgehaltes mit potentiometrischer Titration (B):

Prüfung DIN 51576-B

7 Chemikalien

7.1 Allgemeines

Es dürfen nur Chemikalien bekannter, analytischer Reinheit verwendet werden.

7.2 Toluol, (C_7H_8)

7.3 Aceton, (CH_3COCH_3)

7.4 Ethanol, (C_2H_5OH) oder

7.5 Ethanol, denaturiert durch Zugabe von nicht mehr als 5 % Volumenanteile Methanol (CH_3OH)

7.6 Blei(II)-acetatpapier zum Sulfidnachweis ($Pb(CH_3COO)_2$)

7.7 Nitrobenzol, ($C_6H_5NO_2$) oder

7.8 Isoamylalkohol, ($(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH$)

7.9 Silbernitrat-Lösungen mit den Stoffmengenkonzentrationen $c(AgNO_3) = 0,05 \text{ mol/l}$ bzw. $c(AgNO_3) = 0,01 \text{ mol/l}$

7.10 Destilliertes oder entmineralisiertes Wasser entsprechend der Qualität 3 nach DIN ISO 3696.

7.11 Salpetersäure mit einem Massenanteil $w(HNO_3)$ von 30 %

Herstellung:

Ein Volumenteil konzentrierte Salpetersäure (Dichte $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$ bei 20°C) wird mit 2 Volumenteilen destilliertem oder entmineralisiertem Wasser verdünnt. Es wird gekocht, bis die Lösung farblos ist. Nach dem Abkühlen wird Luft durch diese Lösung geleitet, um Stickstoffoxide zu entfernen, die die Titration stören würden.

7.12 Eisenalaun-Indikator

Herstellung:

Es werden 350 g Ammoniumeisen(III)-sulfat-Dodecahydrat, $((NH_4)Fe(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O)$, in 1 l destilliertem oder entmineralisiertem Wasser gelöst und 200 ml der Salpetersäure $w(HNO_3) = 30 \%$ hinzugefügt.

7.13 Kaliumthiocyanat-Lösung mit einer Stoffmengenkonzentration $c(KSCN) = 0,05 \text{ mol/l}$