

DIN 51639-5



ICS 75.100

**Prüfung von Schmierstoffen –
Prüfverfahren –****Teil 5: Bestimmung des Wassergehaltes in gebrauchten Schmierstoffen
durch indirekte coulometrische Titration nach Karl Fischer**

Testing of lubricants –

Test methods –

Part 5: Determination of water content of in-service lubricants using indirect coulometric titration according to Karl Fischer

Essai des lubrifiants –

Methodes d'essai –

Partie 5: Détermination de la teneur en eau des lubrifiants en service par titrage coulométrique indirect selon Karl Fischer

Gesamtumfang 11 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Chemikalien	5
5.1 Allgemeines	5
5.2 Karl-Fischer-Reagenzien	5
5.3 Referenzstandards	5
5.4 Hilfs- und Reinigungsmittel	5
6 Geräte	5
7 Probenahme	7
8 Vorbereitung	7
8.1 Allgemeines	7
8.2 Bestimmung des Blindwertes	7
8.3 Systemüberprüfung	7
9 Durchführung	8
10 Auswertung	8
11 Angabe der Ergebnisse	9
12 Präzision	9
12.1 Allgemeines	9
12.2 Wiederholbarkeit, <i>r</i>	9
12.3 Vergleichbarkeit, <i>R</i>	9
13 Prüfbericht	9
Literaturhinweise	11

Bilder

Bild 1 — Schematischer Aufbau des Titrators	6
---	---

Tabellen

Tabelle 1 — Bedingungen zur Systemüberprüfung	8
Tabelle 2 — Titrations-Parameter	8
Tabelle 3 — Wiederholbarkeit	9
Tabelle 4 — Vergleichbarkeit	9

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-63 AA „Gebrauchtöluntersuchung“ des Fachausschusses Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

DIN 51639 besteht unter dem allgemeinen Titel *Prüfung von Schmierstoffen — Prüfverfahren* aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Bestimmung der Gesamtbasenzahl*
- *Teil 4: Bestimmung des Pflanzenölanteils in gebrauchten Dieselmotorenölen mittels infrarotspektrometrischem Verfahren*
- *Teil 5: Bestimmung des Wassergehaltes in gebrauchten Schmierstoffen durch indirekte coulometrische Titration nach Karl Fischer*

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes im Bereich von 100 mg/kg bis 5 000 mg/kg in gebrauchten Schmierölen durch indirekte coulometrische Titration mit Iod nach dem Karl-Fischer-Verfahren fest.

Vergleichende Untersuchungen von Frischölen sowie die Bestimmung des Wassergehaltes von Kondensat-Proben und Isolierölen sind nach diesem Verfahren ebenfalls möglich. Die Präzisionsangaben nach Abschnitt 12 gelten in diesen Fällen nicht.

ANMERKUNG Die häufigsten störenden Bestandteile sind Schwefelwasserstoff und Mercaptane. Daneben stören alle mit freiem Iod reagierende Verbindungen sowie Ketone und Aldehyde.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: verfügbar unter <https://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

Karl-Fischer-Titration

quantitative Bestimmung von Wasser durch Reaktion von Schwefeldioxid mit Iod

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieses Verfahren verwendet ausschließlich eine indirekte Probenzuführung und coulometrische Bestimmung.

Anmerkung 2 zum Begriff: Weitere Verfahren hinsichtlich Probenzuführung und Bestimmungs-Verfahren sowie Kombinationen hieraus sind in DIN 51777 beschrieben.

4 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in ein Rollrandgefäß eingewogen und mit einem Septum gasdicht verschlossen. In einem Ofen wird das Wasser verdampft und durch einen Trägergasstrom in die trocken titrierte Titrationszelle überführt. Hierdurch werden alle höhersiedenden Bestandteile der Probe zurückgehalten und Nebenreaktionen – z. B. durch enthaltene Additive –, die sonst zu einem Überbefund führen würden, minimiert.

In der Titrationszelle wird an einer Generatorelektrode das im Reagenz enthaltene Iodid durch anodische Oxidation in Iod überführt. Dieses Iod reagiert mit Wasser zu Iodid. Sobald alles aus der Probe verdampfte Wasser umgesetzt ist, stellt der Iod-Überschuss, ermittelt durch den Potentialsprung an der Indikatorelektrode, den Endpunkt der Titration dar. Die bis zum Endpunkt verbrauchte Ladungsmenge ist der Wassermenge proportional.