



Application Note AN-K-070

Acqua nei prodotti petroliferi

Determinazione completamente automatizzata secondo la norma ASTM D6304

La presenza di umidità nei prodotti petroliferi causa molti problemi: corrosione e usura di tubazioni e serbatoi di stoccaggio, aumento del carico di detriti e conseguente riduzione della lubrificazione, ostruzione dei filtri o anche proliferazione batterica nociva. Di conseguenza, un maggiore contenuto di acqua può causare danni all'infrastruttura, maggiori costi di manutenzione o tempi di fermo indesiderato. A causa di questi fattori costosi, il contenuto d'acqua è un fattore critico regolato in molte specifiche commerciali e definisce anche il prezzo di questi prodotti. È quindi necessaria una determinazione accurata e affidabile, poiché anche piccoli scostamenti

possono avere un grande impatto sul prezzo di vendita.

Poiché i prodotti petroliferi contengono un basso contenuto di umidità, la titolazione coulometrica Karl Fischer è il metodo di scelta. L'utilizzo di un forno Karl Fischer per far evaporare l'acqua presente nel campione non solo riduce di molto le interferenze nella matrice, ma può anche essere una procedura completamente automatica. Ciò consente un'analisi affidabile ed economica del contenuto d'acqua secondo la norma **ASTM D6304** (Procedura B) in prodotti quali diesel, olio idraulico, lubrificante, additivo, olio per turbine e olio base.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Per dimostrare l'uso versatile della determinazione dell'umidità nei prodotti petroliferi con il forno Karl Fischer, in questa Application Note sono riportati i risultati di vari campioni come diesel, olio idraulico, lubrificante, additivo, olio per turbine e olio base. Tutti i campioni sono completamente omogeneizzati

ANALISI

Prima di iniziare le determinazioni del campione, la cella di titolazione viene condizionata e il forno viene riscaldato alla temperatura desiderata. La temperatura ideale del forno rilascia rapidamente tutta l'acqua ma non porta alla decomposizione del campione, che falsificherebbe il risultato.

Una volta che il sistema è preparato e stabile, il campione viene posto nel forno. Un gas vettore passa attraverso il campione, trasferendo l'acqua vaporizzata nella cella di titolazione dove viene determinato il contenuto d'acqua.

La titolazione e l'estrazione del gas del campione vengono interrotte non appena viene raggiunto l'endpoint definito e la deriva (quantità di acqua per periodo di tempo) scende al di sotto di un valore predefinito.

RISULTATI

Per tutti i campioni, si ottengono deviazioni standard accettabili utilizzando l'accessorio del forno, indipendentemente dal fatto che il campione avesse

prima del campionamento. Dopo l'omogeneizzazione, il campione viene pesato direttamente nella fiala del campione. La dimensione del campione dipende dalla quantità di acqua prevista. Le fiale del campione sono sigillate ermeticamente e posizionate sul rack per campioni.



Figura 1. Sistema completamente automatizzato costituito da un 874 Oven Sample Processor con 851 Titrandi per il coulometrico Karl Fischer dopo la vaporizzazione dell'eventuale umidità presente nel campione.

un contenuto d'acqua basso o alto o contenga additivi interferenti. I risultati per i vari campioni sono riportati **Tabella 1**.

Tabella 1. Risultati della determinazione dell'acqua in vari prodotti petroliferi dopo la vaporizzazione dell'umidità all'interno del campione secondo la norma ASTM D6304.

Campione (n = 4)	Valore / (mg/l)	SD(ass) / (mg/l)	SD(rel) / (%)
Diesel	27,8	1,7	6,08
Olio idraulico	44,6	0,7	1,57
Lubrificante	22,9	1,1	4,63
Additivo	2830,7	6,2	0,22
Olio per turbine	18,9	2,5	13,39
Olio base	17,0	0,6	3,41

CONCLUSIONE

Con l'874 Oven Sample Processor e 851 Titrandò è possibile una determinazione completamente automatizzata dell'acqua nei prodotti petroliferi secondo la norma **ASTM D6304** Procedura B. Inoltre, per evitare risultati imprecisi causati dalla decomposizione del campione a temperature più elevate, è possibile determinare la temperatura

ottimale del forno per ciascun campione con l'874 Oven Sample Processor. Pertanto, utilizzando la tecnica dell'evaporazione dell'acqua, il contenuto di umidità può essere determinato in modo affidabile senza interferenze della matrice alla temperatura ottimale.

Internal reference: AW KF CH5-0538-082019

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



851 Titrando con elettrodo generatore con diaframma

Coulombometro comprensivo di elettrodo generatore con diaframma e agitatore magnetico 801 Stirrer.

Per la determinazione della presenza d'acqua in tracce (da 10 µg a 10 mg di acqua assoluta), la coulometria è il metodo ideale per la determinazione della quantità d'acqua in liquidi, solidi e gas. Inoltre la coulometria è un metodo assoluto e pertanto consente di fare a meno della determinazione del titolo.

Con l'**851 Titrando**, è possibile eseguire in modo rapido e semplice titolazioni coulometriche.

Intervallo di misura consigliato: da 10 µg a 200 mg acqua assoluta

Utilizzo con OMNIS Software, software tiamo o Touch Control. Conforme ai requisiti GMP/GLP e FDA, nonché 21 CFR Parte 11, se necessario



874 Oven Sample Processor

L'**874 Oven Sample Processor** serve per la preparazione automatizzata, termica dei campioni nella titolazione Karl Fischer. Il metodo di riscaldamento al forno è adatto soprattutto per campioni che cedono la propria acqua solo a temperature più elevate, per campioni difficilmente solubili o per quelli che reagiscono con il reagente KF.

Licenza OMNIS stand-alone con 2 licenze strumenti

Consente l'utilizzo stand-alone del OMNIS Software su un computer Windows™.

Caratteristiche:

- La licenza contiene già due licenze per strumenti OMNIS.
- Deve essere attivata tramite il portale licenze Metrohm.
- Non è trasferibile su di un altro computer.

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE