



Application Note AN-K-070

Wasser in Erdölprodukten

Vollautomatische Bestimmung nach ASTM D6304

Feuchtigkeit in Erdölprodukten verursacht mehrere Probleme: Korrosion und Verschleiß in Rohrleitungen und Lagertanks, eine Zunahme der Schmutzbelastung, die zu einer verminderten Schmierung führt, verstopfte Filter oder sogar schädliches Bakterienwachstum. Infolgedessen kann ein erhöhter Wassergehalt zu Schäden an der Infrastruktur, höheren Wartungskosten oder sogar unerwünschten Ausfallzeiten führen. Aufgrund dieser kostspieligen Faktoren ist der Wassergehalt ein entscheidender Faktor, der in vielen Handelsspezifikationen geregelt wird und auch den Preis dieser Produkte bestimmt. Daher ist eine genaue und verlässliche Ermittlung des Wassergehaltes

notwendig, da bereits kleine Abweichungen große Auswirkungen auf den Verkaufspreis haben können. Da Erdölprodukte einen geringen Feuchtigkeitsgehalt aufweisen, ist die coulometrische Karl-Fischer-Titration die Methode der Wahl. Mithilfe eines Karl-Fischer-Ofens wird das in der Probe vorhandene Wasser vor der Titration verdampft, was zu einer erheblichen Reduzierung der Matrixinterferenzen führt. Zudem kann das Verfahren vollständig automatisiert werden. Dies ermöglicht eine zuverlässige und kostengünstige Analyse des Wassergehalts gemäß **ASTM D6304** (Verfahren B) in Produkten wie Diesel, Hydrauliköl, Schmiermittel, Additiven, Turbinenöl und Grundöl.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Um den vielseitigen Einsatz von Feuchtebestimmung in Erdölprodukten mit dem Karl-Fischer-Ofen zu demonstrieren, werden in diesem Application Note die Ergebnisse verschiedener Proben wie Diesel, Hydrauliköl, Schmiermittel, Turbinenöl, Grundöl und einem Additiv gezeigt.

Alle Proben werden vor der Probenahme vollständig homogenisiert. Nach der Homogenisierung wird die Probe direkt in das Probengefäß eingewogen. Die Probengröße hängt von der erwarteten Wassermenge ab. Die Probenfläschchen werden luftdicht verschlossen und auf das Probenrack gestellt.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Vor Beginn der Probenbestimmungen wird die Titrierzelle konditioniert und der Ofen auf die gewünschte Temperatur aufgeheizt. Bei der idealen Ofentemperatur gibt die Probe das gesamte Wasser schnell ab, sie führt aber nicht zu einer Probenzersetzung, die das Ergebnis verfälschen würde.

Sobald das System vorbereitet und stabil ist, wird die Probe in den Ofen geführt. Ein Trägergas strömt durch die Probe und transportiert das verdampfte Wasser in die Titrierzelle, wo der Wassergehalt bestimmt wird.

Die Titration und die Gasextraktion der Probe werden gestoppt, sobald der definierte Endpunkt erreicht ist und die Drift (Wassermenge pro Zeitspanne) einen vordefinierten Wert unterschreitet.



Abbildung 1. Vollautomatisches System bestehend aus einem 874 Oven Sample Processor mit 851 Titando für die coulometrische Karl-Fischer-Analyse nach Verdampfung der in der Probe vorhandenen Feuchtigkeit.

ERGEBNISSE

Für alle Proben werden mit der Ofenmethode akzeptable Standardabweichungen erreicht, unabhängig davon, ob die Probe einen niedrigen oder

hohen Wassergehalt hatte oder störende Additive enthält. Die Ergebnisse für die verschiedenen Proben sind dargestellt in **Tabelle 1**.

Tabelle 1. Ergebnisse der Wasserbestimmung in verschiedenen Erdölprodukten nach Verdampfung der Feuchtigkeit in der Probe gemäß ASTM D6304.

Probe (n = 4)	Mittelwert / (mg/L)	SD(abs) / (mg/L)	SD(rel) / (%)
Diesel	27.8	1.7	6.08
Hydraulisches Öl	44.6	0.7	1.57
Schmiermittel	22.9	1.1	4.63
Additiv	2830.7	6.2	0.22
Turbinenöl	18.9	2.5	13.39
Grundöl	17.0	0.6	3.41

FAZIT

Mit dem Oven Sample Processor 874 und dem Titrando 851 ist eine vollautomatische Bestimmung von Wasser in Erdölprodukten nach **ASTM D6304 Verfahren B** möglich. Um ungenaue Ergebnisse durch Probenzersetzung bei höheren Temperaturen zu vermeiden, ist es außerdem möglich, mit dem Oven

Sample Processor 874 die optimale Ofentemperatur für jede Probe zu bestimmen. Mit der Ausheiztechnik lässt sich somit der Feuchtegehalt zuverlässig und ohne Matrixeinflüsse bei der optimalen Ausheiztemperatur bestimmen.

Internal reference: AW KF CH5-0538-082019

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



851 Titrando mit Generatorelektrode mit Diaphragma

Coulometer inklusive Generatorelektrode mit Diaphragma und 801 Magnetrührer.

Für die Wasserbestimmung im Spurenbereich (10 µg bis 10 mg Absolutwasser) ist die Coulometrie die ideale Methode zur Wasserbestimmung in Flüssigkeiten, Feststoffen und Gasen. Zudem ist die Coulometrie eine absolute Methode, weshalb keine Titerbestimmung notwendig ist.

Mit dem **851 Titrando** sind coulometrische Titrationen einfach und schnell durchgeführt.

Empfohlener Messbereich: 10 µg...200 mg Absolutwasser

Verwendung mit OMNIS-Software, tiamo-Software oder Touch Control. Erfüllt GMP/GLP- und FDA-Anforderung wie 21 CFR Part 11, falls erforderlich



874 Oven Sample Processor

Der **874 Oven Sample Processor** dient zur automatisierten thermischen Probenvorbereitung in der Karl-Fischer-Titration. Die Ofenmethode eignet sich vor allem für Proben, welche ihr Wasser erst bei höheren Temperaturen abgeben, für schwerlösliche Proben oder solche die mit dem KF-Reagenz reagieren.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone Lizenz mit 2 Gerätelizenzen

Ermöglicht den Stand-Alone Betrieb der OMNIS Software auf einem Windows™ Computer.

Merkmale:

- Die Lizenz enthält bereits zwei OMNIS Geräte Lizenzen
- Muss über das Metrohm Lizenzierungsportal aktiviert werden.
- Nicht auf einen anderen Computer übertragbar.