



Application Note AN-K-074

Contenuto di acqua nel petrolio greggio determinato con titolazione Karl Fischer

Determinazione completamente automatizzata utilizzando il metodo del forno secondo ASTM D4928

Il petrolio greggio contiene acqua. Prima del trasporto, l'acqua viene rimossa per ridurre i costi. Inoltre la presenza di acqua nel greggio può provocare corrosione. Pertanto, è essenziale determinare il contenuto di acqua nel petrolio greggio.

In precedenza, ASTM D4928 descriveva una titolazione Karl Fischer coulometrica diretta per determinare l'acqua nel petrolio greggio. Ciò ha

contaminato rapidamente la cella di titolazione, rendendo necessaria una pulizia regolare e un frequente cambio dei reagenti. ASTM D4928 è stato quindi rivisto per includere la titolazione coulometrica Karl Fischer in combinazione con il metodo del forno. In questo metodo, il campione viene riscaldato in un forno. L'acqua evapora e viene trasportata nella cella di titolazione da un gas vettore inerte. Il contenuto di acqua viene determinato nella cella di titolazione.

Il metodo del forno evita la contaminazione delle celle di titolazione e riduce significativamente il consumo di reagenti. Può essere completamente automatizzato,

riducendo al minimo gli errori di gestione e i carichi di lavoro, con una riproducibilità eccezionale.

CAMPIONE E PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Il metodo è dimostrato per tre diversi tipi di petrolio greggio. I campioni vengono omogeneizzati prima di

essere riempiti nelle fiale dei campioni.

ANALISI

Questa analisi viene eseguita su un sistema automatizzato costituito da un 874 Oven Sample Processor e un 851 Titrando dotato di cella di titolazione coulometrica (Figura 1).



Figure 1. L'874 Oven Sample Processor, l'851 Titrando e la cella di titolazione coulometrica, tutti controllati dal software tiamo.

RISULTATI

L'analisi dimostra risultati accettabili e curve di titolazione ben definite. I risultati per i tre diversi campioni di petrolio greggio sono mostrati nella **Tabella 1**. Un esempio di curva di titolazione è mostrato nella **Figura 2**.

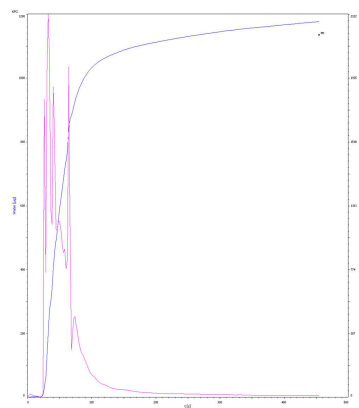


Figure 2. Esempio di curva di titolazione per la determinazione del contenuto di acqua nel petrolio greggio.

Tabella 1. Risultati per la determinazione del contenuto di acqua nel petrolio greggio secondo ASTM D4928.

Contenuto d'acqua (n = 4)	Mean in $\mu\text{g H}_2\text{O/g sample}$	SD(rel) in %
Campione 1	853	2.09
Campione 2	4865	0.44
Campione 3	41111	0.43

CONCLUSIONE

Il metodo del forno è l'opzione perfetta per determinare il contenuto di acqua nei petroli grezzi in modo preciso e affidabile.

L'utilizzo dell'874 Oven Sample Processor consente la determinazione completamente automatizzata,

liberando tempo prezioso e aumentando così la produttività del laboratorio. Inoltre, automatizzando completamente l'analisi, è possibile aumentare la riproducibilità e ridurre gli errori di analisi dei campioni dovuti a una gestione impropria.

CONTACT

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



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.



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 tiemo o Touch Control. Conforme ai requisiti GMP/GLP e FDA, nonché 21 CFR Parte 11, se necessario