



Application Note AN-K-074

Wassergehalt in Rohöl, bestimmt mittels Karl-Fischer-Titration

Vollautomatische Bestimmung mittels Ofenmethode nach ASTM D4928

Rohöl enthält Wasser. Vor dem Transport wird das Wasser entfernt, um die Kosten zu senken. Außerdem kann das Vorhandensein von Wasser im Rohöl Korrosion verursachen. Daher ist es wichtig, den Wassergehalt im Rohöl zu bestimmen.

Bisher wurde in der ASTM D4928 eine direkte coulometrische Karl-Fischer-Titration zur Bestimmung des Wassergehalts in Rohöl beschrieben. Dabei wird aber die Titrierzelle schnell verunreinigt, was eine regelmäßige Reinigung und einen häufigen Austausch der Reagenzien erforderte. Die ASTM D4928 wurde daraufhin überarbeitet und enthält nun

die coulometrische Karl-Fischer-Titration in Kombination mit der Ofenmethode. Bei dieser Methode wird die Probe in einem Ofen erhitzt. Das Wasser verdampft und wird durch ein inertes Trägergas in die Titrierzelle transportiert, wo der Wassergehalt bestimmt wird.

Die Ofenmethode vermeidet die Kontamination der Titrierzelle und reduziert damit den Reagenzienverbrauch erheblich. Sie kann vollständig automatisiert werden, wodurch Handhabungsfehler und der Arbeitsaufwand minimiert werden, und dies bei hervorragender Reproduzierbarkeit.

PROBEN UND PROBENVORBREITUNG

Die Methode wird für drei verschiedene Rohölsorten demonstriert. Die Proben werden homogenisiert,

bevor sie in Probenfläschchen gefüllt werden.

DURCHFÜHRUNG

Diese Analyse wird auf einem automatisierten System durchgeführt, das aus einem 874 Oven Sample Processor und einem 851 Titrande besteht, der mit einer coulometrischen Titrationszelle ausgestattet ist (Abbildung 1).



Abbildung 1. Der 874 Oven Sample Processor, der 851 Titrande und die coulometrische Titrationszelle, alle gesteuert durch die Tiamo-Software.

ERGEBNISSE

Die Analyse zeigt akzeptable Ergebnisse und gut definierte Titrationskurven. Die Ergebnisse für die drei verschiedenen Rohölproben sind in **Tabelle 1** aufgeführt. Ein Beispiel für eine Titrationskurve ist in **Abbildung 2** dargestellt.

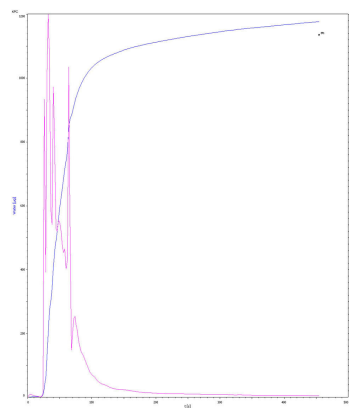


Abbildung 2. Beispielhafte Titrationskurve zur Wassergehaltsbestimmung in Rohöl.

Tabelle 1. Ergebnisse zur Bestimmung des Wassergehalts in Rohöl gemäß ASTM D4928.

Wassergehalt (n = 4)	Mittelwert in $\mu\text{g H}_2\text{O/g Probe}$	SD(rel) in %
Beispiel 1	853	2,09
Beispiel 2	4865	0,44
Beispiel 3	41111	0,43

FAZIT

Die Ofenmethode ist die perfekte Option, um den Wassergehalt in Rohölen präzise und zuverlässig zu bestimmen.

Die Verwendung des 874 Oven Sample Processors ermöglicht eine vollautomatische Bestimmung, wodurch wertvolle Zeit eingespart und die

Produktivität des Labors erhöht wird. Darüber hinaus kann durch die vollständige Automatisierung der Analyse die Reproduzierbarkeit erhöht und die Zahl der durch unsachgemäße Handhabung verursachten Probenausfälle reduziert werden.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



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.



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