



Application Note AN-K-070

Agua en productos derivados del petróleo: determinación totalmente automatizada conforme a la norma ASTM D6304

Determinación completamente automatizada según la norma ASTM D6304

La humedad en los productos derivados del petróleo causa varios problemas: la corrosión y el desgaste de las tuberías y los tanques de almacenamiento, un aumento de la carga de desechos que provoca una disminución de la lubricación, filtros bloqueados o incluso un crecimiento bacteriano perjudicial. Como resultado, el aumento del contenido de agua puede provocar daños en la infraestructura, mayores costes

de mantenimiento o incluso paradas no deseadas. Debido a estos factores costosos, el contenido de agua es un factor crítico regulado en muchas especificaciones comerciales y también define el precio de estos productos. Por tanto, es necesaria una determinación precisa y fiable, ya que incluso pequeñas desviaciones pueden tener un gran impacto en el precio de venta.

Como los productos derivados del petróleo tienen un bajo contenido de humedad, la titulación coulombimétrica de Karl Fischer es el método de elección. El uso de un horno de Karl Fischer para vaporizar el agua presente en la muestra antes de la titulación no solo reduce enormemente las

interferencias de la matriz, sino que también puede ser totalmente automatizado. Esto permite un análisis fiable y rentable del contenido de agua según **ASTM D6304** (Procedimiento B) en productos como diesel, aceite hidráulico, lubricante, aditivo, aceite de turbina y aceite base.

MUESTRAS Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para demostrar el uso versátil de la determinación de humedad en productos derivados del petróleo con el horno Karl Fischer, en esta nota de aplicación se muestran los resultados de varias muestras, como diesel, aceite hidráulico, lubricante, aditivo, aceite de turbina y aceite base.

Todas las muestras se homogeneizan completamente

antes del muestreo. Después de la homogeneización, la muestra se pesa directamente en el vial de muestra. El tamaño de la muestra depende de la cantidad esperada de agua. Los viales de muestra se sellan herméticamente y se colocan en la gradilla de muestras.

EXPERIMENTO

Antes de comenzar con las determinaciones de muestras, la celda de titulación se acondiciona y el horno se calienta a la temperatura deseada. La temperatura ideal del horno libera rápidamente toda el agua pero no provoca la descomposición de la muestra, lo que falsearía el resultado.

Una vez que el sistema está preparado y estable, la muestra se coloca en el horno. Un gas portador pasa a través de la muestra, transfiriendo el agua vaporizada a la celda de titulación donde se determina el contenido de agua.

La titulación y la extracción de gas de la muestra se detiene tan pronto como se alcanza el punto final definido y la deriva (cantidad de agua por período de tiempo) cae por debajo de un valor predefinido.

RESULTADOS

Para todas las muestras, se logran desviaciones estándar aceptables utilizando el accesorio del horno, independientemente de si la muestra tenía un

contenido de agua bajo o alto o si contiene aditivos que interfieren. Los resultados para las distintas muestras se dan en **tabla 1**.



Figure 1. Sistema completamente automatizado que consta de un 874 Oven Sample Processor con 851 Titrando para el Karl Fischer coulombimétrico después de la vaporización de cualquier humedad presente en la muestra.

Tabla 1. Resultados de la determinación de agua en varios productos derivados del petróleo después de la vaporización de la humedad dentro de la muestra según la norma ASTM D6304.

Muestra (n = 4)	Medio/ (mg/L)	SD(abs) / (mg/L)	SD(rel) / (%)
Diesel	27,8	1,7	6,08
Aceite hidráulico	44,6	0,7	1,57
Lubricante	22,9	1,1	4,63
Aditivo	2830,7	6,2	0,22
Aceite de turbina	18,9	2,5	13,39
Aceite base	17,0	0,6	3,41

CONCLUSIÓN

Con el 874 Oven Sample Processor y el 851 Titrand, es posible una determinación completamente automática de agua en productos derivados del petróleo según **ASTM D6304** Procedimiento B. Además, para evitar resultados inexactos causados por la descomposición de la muestra a temperaturas

más altas, es posible determinar la temperatura óptima del horno para cada muestra con el 874 Oven Sample Processor. Por lo tanto, utilizando la técnica de evaporación de agua, el contenido de humedad se puede determinar de forma fiable sin interferencias de la matriz a la temperatura óptima.

Internal reference: AW KF CH5-0538-082019

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



851 Titrando con electrodo generador con diafragma Coulómetro, incluido electrodo generador con diafragma y 801 Stirrer.

En el caso de la determinación del contenido de agua a nivel de trazas (de 10 µg a 10 mg de agua absoluta), la coulometría es el método ideal para la determinación del contenido de agua en líquidos, materias sólidas y gases. Además, la coulometría es un método absoluto, por lo que la determinación del título no es necesaria.

Con el **851 Titrando** se realizan de forma rápida y sencilla las titulaciones coulométricas.

Gama de medida recomendada: 10 µg...200 mg de agua absoluta

Uso con OMNIS Software, software tiamo o Touch Control. Cumple las normativas GMP/GLP y FDA, así como la 21 CFR Parte 11, de ser necesario



874 Oven Sample Processor

El 874 Oven Sample Processor sirve para la preparación térmica y automatizada de muestras en la titulación Karl Fischer. El método del horno es adecuado sobre todo para muestras cuyo contenido de agua se desprende solo a altas temperaturas, para muestras difícilmente solubles y para aquellas que reaccionan con un reactivo KF.

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licencia "Stand-Alone" de OMNIS con 2 licencias de aparatos

Habilita el modo "Stand-Alone" del OMNIS Software en un ordenador con Windows™.

Características:

- La licencia ya incluye dos licencias de los aparatos OMNIS.
- Debe activarse en el portal de licencias de Metrohm.