



Application Note AN-K-070

L'eau dans les produits pétroliers

Détermination entièrement automatisée selon la norme ASTM D6304

L'humidité dans les produits pétroliers est à l'origine de plusieurs problèmes : corrosion et usure des pipelines et des réservoirs de stockage, augmentation de la charge de débris entraînant une diminution de la lubrification, blocage des filtres, voire développement de bactéries nocives. L'augmentation de la teneur en eau peut donc entraîner des dommages à l'infrastructure, des coûts de maintenance plus élevés, voire des temps d'arrêt non désirés. En raison de ces facteurs coûteux, la teneur en eau est un facteur critique réglementé dans de nombreuses spécifications commerciales et définit également le prix de ces produits. Une détermination précise et fiable est donc nécessaire, car même de faibles écarts peuvent avoir un impact important sur

le prix de vente.

Les produits pétroliers ayant une faible teneur en humidité, le titrage coulométrique Karl Fischer est la méthode de choix. L'utilisation d'un four Karl Fischer pour vaporiser l'eau présente dans l'échantillon avant le titrage permet non seulement de réduire considérablement les interférences de la matrice, mais aussi d'automatiser entièrement le processus. Cela permet une analyse fiable et rentable de la teneur en eau conformément à la norme ASTM D6304 (procédure B) dans des produits tels que le diesel, l'huile hydraulique, le lubrifiant, l'additif, l'huile de turbine et l'huile de base.

Plus d'informations dans la vidéo :

ÉCHANTILLON ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Afin de démontrer la polyvalence de la détermination de l'humidité dans les produits pétroliers à l'aide de l'étuve Karl Fischer, les résultats de divers échantillons tels que le diesel, l'huile hydraulique, le lubrifiant, l'additif, l'huile de turbine et l'huile de base sont présentés dans cette note d'application.

Tous les échantillons sont complètement

homogénéisés avant d'être prélevés. Après homogénéisation, l'échantillon est pesé directement dans le flacon. La taille de l'échantillon dépend de la quantité d'eau attendue. Les flacons d'échantillons sont scellés hermétiquement et placés sur le support d'échantillons.

EXPERIMENTAL

Avant de commencer les déterminations d'échantillons, la cellule de titrage est conditionnée et le four est chauffé à la température souhaitée. La température idéale du four libère rapidement toute l'eau mais n'entraîne pas la décomposition de l'échantillon, ce qui fausserait le résultat.

Une fois le système préparé et stable, l'échantillon est placé dans le four. Un gaz porteur traverse l'échantillon, transférant l'eau vaporisée dans la cellule de titrage où la teneur en eau est déterminée. Le titrage et l'extraction du gaz de l'échantillon sont interrompus dès que le point final défini est atteint et que la dérive (quantité d'eau par période de temps) tombe en dessous d'une valeur prédéfinie.



Figure 1. Système entièrement automatisé composé d'un processeur d'échantillons à four 874 et d'un Titrand 851 pour le Karl Fischer coulométrique après vaporisation de toute humidité présente dans l'échantillon.

RÉSULTATS

Pour tous les échantillons, des écarts types acceptables sont obtenus en utilisant l'accessoire four, que l'échantillon ait une teneur en eau faible ou

élevée ou qu'il contienne des additifs interférents. Les résultats pour les différents échantillons sont présentés dans le **tableau 1**.

Tableau 1. Résultats de la détermination de l'eau dans divers produits pétroliers après vaporisation de l'humidité dans l'échantillon conformément à la norme ASTM D6304.

Échantillon (n = 4)	Moyenne / (mg/L)	SD(abs) / (mg/L)	SD(rel) / (%)
Diesel	27.8	1.7	6.08
Huile hydraulique	44.6	0.7	1.57
Lubrifiant	22.9	1.1	4.63
Additif	2830.7	6.2	0.22
Huile de turbine	18.9	2.5	13.39
Huile de base	17.0	0.6	3.41

CONCLUSION

Le 874 Oven Sample Processor et le 851 Titrando permettent une détermination entièrement automatisée de l'eau dans les produits pétroliers conformément à la procédure B de l'**ASTM D6304**. En outre, pour éviter des résultats inexacts dus à la décomposition de l'échantillon à des températures plus élevées, il est possible de déterminer la

température optimale du four pour chaque échantillon à l'aide du 874 Oven Sample Processor. Ainsi, en utilisant la technique d'évaporation de l'eau, la teneur en humidité peut être déterminée de manière fiable sans interférence de matrice à la température optimale.

Internal reference: AW KF CH5-0538-082019

CONTACT

Metrohm France
13, avenue du Québec - CS
90038
91978 VILLEBON
COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr

CONFIGURATION



851 Titrando avec électrode génératrice à diaphragme

Coulomètre avec électrode génératrice à diaphragme et 801 Stirrer.

La coulométrie est la méthode idéale pour déterminer les traces d'eau (10 µg à 10 mg d'eau absolue) dans les liquides, les matières solides et gazeuses. Comme la coulométrie est une méthode absolue, la détermination du titre n'est pas nécessaire.

Le **851 Titrando** rend les titrages coulométriques simples et rapides.

Gamme de mesure recommandée : 10 µg à 200 mg d'eau absolue

Utilisation avec le logiciel OMNIS, tiamo ou le Touch Control. Satisfait aux exigences des BPF/BPL et de la FDA, telles que celles de la réglementation 21 CFR Part 11, le cas échéant



874 Oven Sample Processor

Le 874 Oven Sample Processor sert pour la préparation thermique automatisée des échantillons pour le titrage Karl Fischer. La méthode d'extraction avec four est surtout adaptée aux échantillons qui libèrent leur eau seulement à des températures très élevées, des échantillons difficilement solubles ou qui réagissent avec le réactif KF.

OMNIS
A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

Licence OMNIS autonome avec 2 licences appareil

Elle permet l'utilisation du mode autonome du logiciel OMNIS sur un ordinateur Windows™.

Caractéristiques :

- La licence comprend déjà deux licences pour appareils OMNIS.
- Elle doit être activée via le portail d'octroi de licences Metrohm.