

T960 系列全自动滴定仪测定石油的总碱值（参照 ASTM 2896）

贺秀贤, 李志永, 周雄晨, 姚龙

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 采用电位滴定的方法测定石油的总碱值, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 总碱值; 电位滴定

总碱值表示试样中含有有机、无机碱、胺基化合物、弱酸盐如皂类、多元酸的碱性盐和重金属的盐类。内燃机油的总碱值则可间接表示其所含清净分散剂的多少, 因而总碱值为内燃机油的重要质量指标。在内燃机油的使用过程中, 分析其总碱值的变化, 可以反映出润滑油中添加剂的消耗情况。本方法采用 ASTM D2896 的方法, 使用氯苯-冰醋酸作为溶剂, 用高氯酸作为滴定液, 能够很好的检测出原油的碱值, 并通过标准品验证了方法的准确性及再现性, 证明使用 T960 全自动滴定仪测定石油产品的总碱值的可行性, 其减少了一般手工滴定中指示剂颜色判断带来的结果偏差, 使结果更准确。

1 基本信息

1.1 样品信息

基础油、原油、烃油标准品

1.2 检测指标

碱值

1.3 测试仪器

T960 全自动电位滴定仪, 非水 PH 复合电极。

1.4 参考方法

《ASTM D2896-07a》Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration.[S]

SH/T 0688-2000 石油产品及润滑剂碱值测定法（电位滴定法）。

1.5 通用试剂

高氯酸滴定液（0.1 mol/L），氯苯，冰乙酸。

2 实验过程

2.1 样品制备

称取适量样品（根据碱值含量确定取样量），精确到 0.0001g，置于 100mL 滴定杯中，加入适量比例的氯苯-冰乙酸溶液，使其体积大约为 50 毫升，将电极浸入溶液中，开启搅拌，搅拌均匀后，点击开始滴定，用高氯酸标准溶液滴定样品，滴定至电位突跃终点，记下终点体积。同时做空白试验。

2.2 仪器参数

滴定模式:	动态滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间:	8s	预搅拌时间:	10s
电极平衡电位:	1mv	滴定速度:	标准
滴定前平衡电位:	6mv	预滴定后搅拌时间:	5s
结束体积:	20mL	预滴定添加体积:	0mL
电位突跃量:	200	预控 mv 值:	500mv

3 结果与讨论

3.1 结果测试

(1) 客户样品测试

样品	c(HClO ₄)	取样量	滴定体积	空白值	碱值	平均含量
样品 1	0.1005	1.02500	1.262	0.08	6.50	6.56
		1.04682	1.262		6.37	
		1.07963	1.383		6.80	
样品 2	0.1018	0.9816	1.766	0.02	10.2	10.17
		0.9393	1.686		10.1	
		1.0690	1.924		10.2	

(2) 标准烃油标准品总碱值测定（70 和 6mgKOH/g）

样品 名称	c(HClO ₄) (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	空白值 (mL)	碱值 (mg/g)	平均含量 (mg/g)	理论值 (mg/g)
----------	----------------------------------	------------	--------------	-------------	--------------	----------------	---------------

	0.53444	6.558	69.86		
1#	0.61371	7.478	70.10	69.88	70.11±1.75
	0.60897	7.461	69.78		
	0.1018		0.02		
	5.1218	5.374	5.97		
2#	5.0335	5.375	6.08	6.02	5.98±0.15
	5.0318	5.299	6.00		

加黑数字是标准品依据 ASTM D2896 测试的结果的检定值和不确定区间。

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times 56.1}{m}$$

计算公式：

X---样品中碱值含量，单位为毫克 KOH 每克 (mgKOH/g)；

V1---测定用试样消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；

V0---试剂空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；

m---称取试样的质量，单位为 g；

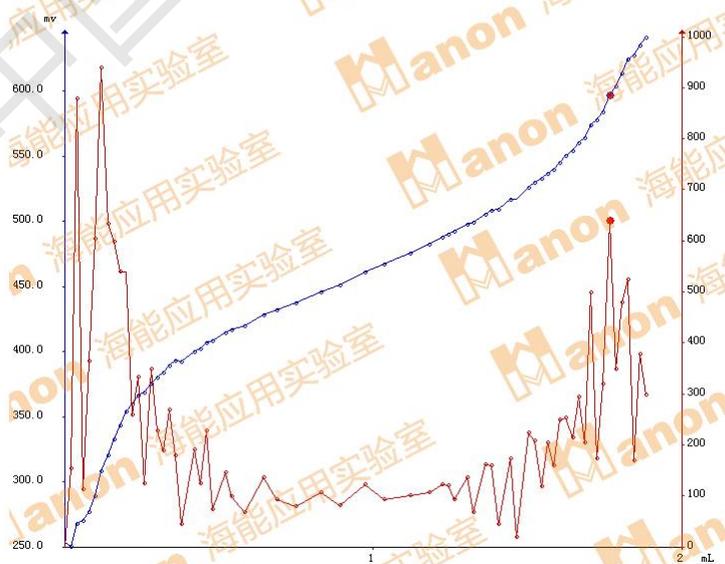
C ---高氯酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

56.1---换算系数。

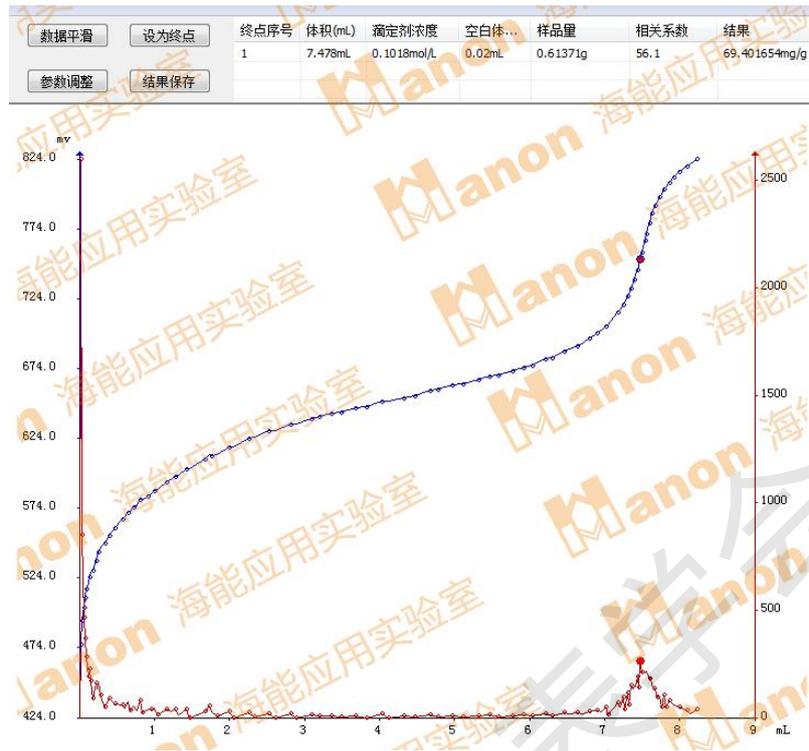
3.2 滴定图谱

(1) 试样滴定图谱

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体...	样品量	相关系数	结果
		1	1.766mL	0.1018mol/L	0mL	0.9816g	56.1	10.27464mg/g



(2) 标准品滴定图谱



3.3 实验结论

该方案通过用烃油标准品验证，测量结果在其检定值和不确定区间内，能够证明 T960 全自动电位滴定仪用电位滴定法测定石油产品的总碱值，是能够满足石油产品的碱值测定，而且具有数据重复性良好，结果准确，避免指示剂在样品在颜色深的溶液中不容易观察，影响终点判断的弊端，能够准确判断滴定终点。

4 注意事项

- (1) 高氯酸滴定液的浓度受环境影响较大，每次测试之前需要标定其浓度。
- (2) 注意电极的清洗及维护。每次测试完成后，建议使用配置好的溶剂清洗电极，防止油样儿堵塞电极的离子交换孔。