

T960 系列全自动滴定仪测定烃油的总碱值(参照 ASTM D 4739)

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烃油的总碱值, 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 D4739 的方法, 能够很好的检测出原油的碱值, 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

烃油

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 D4739》Standard Test Method for Base Number Determination by Potentiometric Titration

1.5 通用试剂

0.1mol/L 的 KOH-异丙醇溶液, 0.1mol/L 的 HCl-异丙醇溶液, 异丙醇, 甲苯, 三氯甲烷, 三级水

2 实验过程

2.1 所用溶液的配制

0.1mol/L 的 KOH-异丙醇溶液的配制及标定

0.1mol/L 的 HCl-异丙醇溶液的配制及标定

滴定溶剂的配置：异丙醇：甲苯：三氯甲烷：水=100:100:100:3 的混合溶液

2.2 碱值的测定

准确称取一定质量的待测油样（0.5g 和 2g）置于干燥的滴定杯中，加入 30mL 配置好的溶剂（异丙醇：甲苯：三氯甲烷：水的混合液）待试样溶解后，用 20mL 移液管准确加入 20mL 配置好的 HCl-异丙醇溶液，放置于搅拌台，待试样混合均匀后，启动预先设置的方法，用标定好的 KOH-异丙醇标准滴定液滴定至电位突跃终点，此时体积记为 V_2 。

同时做空白实验，取另一个干燥的滴定杯，用 20mL 移液管准确加入 20mL 配置好的 HCl-异丙醇溶液，加入 30mL 配置好的溶剂（异丙醇：甲苯：三氯甲烷：水的混合液），待混合均匀后，启动预先设置的方法，用标定好的 KOH-异丙醇标准滴定液滴定至电位突跃终点。此时的体积记为空白体积 V_1 。

2.3 仪器参数设置

| 滴定类型： | 动态滴定 | 方法名： | 返滴定法测定石 |
|----------|----------------|-----------|------------|
| 滴定管体积： | 10mL | 样品计量单位： | g |
| 工作电极： | PH 复合电极 | 参比电极： | 无 |
| 搅拌速度： | 7 | 预搅拌时间： | 5s |
| 电极平衡时间： | 6s | 电极平衡电位： | 1mv |
| 最小添加体积： | 0.02mL | 显示单位： | mV |
| 滴定速度： | 标准 | 滴定前平衡电位： | 10mv |
| 预滴定添加体积： | 5mL(可根据终点体积调整) | 预滴定后搅拌时间： | 10s |
| 电位突跃量： | 800mV | 预控 mv 值： | 200 |
| 相关系数： | -56.1 | 结果单位： | mg/g |
| 滴定剂名称： | KOH-异丙醇 | 理论浓度： | 0.1(标定的浓度) |

3 结果与讨论

3.1 实验结果

| 样品名称 | 取样量 | c(KOH-异 | 空白体积 | 滴定体积 | 碱值 | 平均碱值 |
|-------|---------|---------|--------|--------|---------------|---------------|
| 油品 1# | 0.46914 | 0.070 | 20.576 | 12.775 | 65.299 | 65.287 |
| | 0.46912 | | | 12.762 | 65.411 | |

| | | | | |
|-------|---------|--------|---------------|--------------|
| | 0.47624 | 12.675 | 65.150 | |
| | 1.01613 | 19.246 | 5.140 | |
| 油品 2# | 2.0405 | 18.005 | 4.949 | 5.019 |
| | 2.01116 | 18.031 | 4.969 | |

计算公式:
$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 56.1}{m}$$

X---样品中碱值含量, 单位为毫克 KOH 每克 (mgKOH/g);

V1---测定空白消耗 KOH-异丙醇标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V2---测试试样消耗 KOH-异丙醇标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

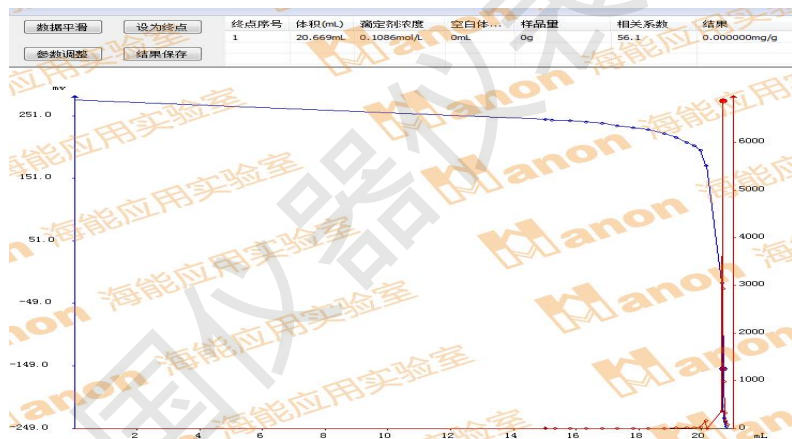
m---称取试样的质量, 单位为 g;

C ---KOH-异丙醇标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

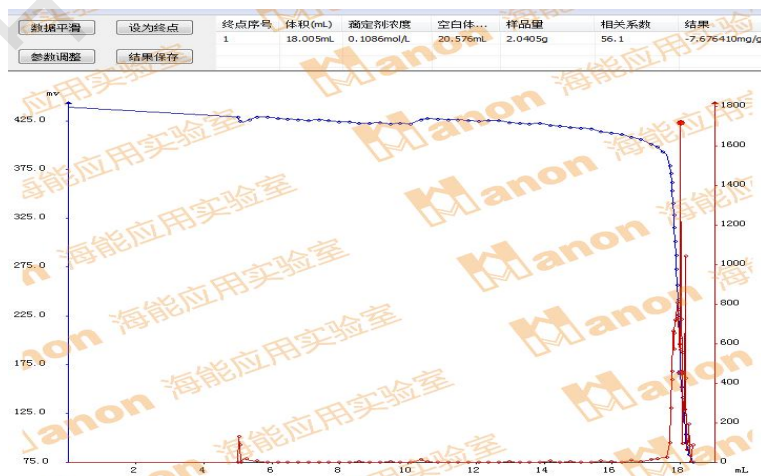
56.1---换算系数。

3.2 滴定图谱

(1) 空白滴定图谱



(2) 油品滴定图谱



3.3 实验结论

该方案测定油品碱值具有数据重复性良好，结果准确的优点，而且避免了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) KOH-异丙醇溶液需要保存在棕色瓶中，使用之前一定要标定其浓度。

(2) 取样量的选择：取样量是 $0.1\text{g} \leq m \leq 5\text{g}$ ，取样量大于 5g 不易于溶解，小于 0.1g 称量误差变大，根据样品的大概碱值含量确定取样量，值得注意的是取样量变化，加入的盐酸溶液的体积也需适当调整，必须保证过量。

(3) 预添加体积可根据实验过程中的终点体积适当更改，目的是缩短实验时间，提高实验效率。

中国仪器仪表表学