

T960 系列全自动滴定仪测定石油的酸值

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 250104)

摘要: 文章采用电位滴定的方法测定石油的酸值, 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: 石油; 酸值; 电位滴定

石油的酸度和酸值都是表明油品中含有酸性物质的指标, 用于控制油品腐蚀性能和使用性能。通过测定油品的酸度和酸值, 可以判断油品中酸性物质含量的大小、油品的腐蚀性、油品的使用性能与变质程度。石油酸值的大小直接决定石油产品的酸性, 酸性的大小决定了其腐蚀的能力, 酸性越大的原油, 其腐蚀性越强, 那么其可用性就越差, 达到一定酸值的石油产品就需要更换, 无法继续使用。分别见 GB/T 258《汽油、煤油、柴油酸度测定法》和 GB/T 264《石油产品酸值测定法》。

在本实验中依据 ASTM 664 的方法, 采用 T960 全自动电位滴定仪去检测石油产品的酸值, 能够明显的检测出滴定终点, 并通过已知含量的烃油标准品验证了方法的准确性及再现性, 证明 T960 全自动电位滴定仪进行检测具有滴定速度快, 滴定结果准确的优点, 能满足日常检测需求。

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

酸值

1.3 测试仪器

T960 系列全自动滴定仪、非水 pH 复合电极

1.4 参考方法

《ASTM 664》Standard Test Method For Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric titration.

GB/T 7304-2014 石油产品酸值的测定 电位滴定法

1.5 通用试剂

氢氧化钾-异丙醇标准溶液滴定液 (0.1mol/L)

甲苯

异丙醇

纯化水

2 样品测试

2.1 样品制备

称取约 5g 样品 (根据酸值含量确定取样量), 精确到 0.0001g, 置于 100mL 滴定杯中, 加入 50mL 溶剂(5mL 去离子水+495mL 异丙醇+500mL 甲苯混合液), 将电极浸入溶液中, 开启搅拌, 搅拌均匀后, 启动编辑好的方法, 点击开始滴定, 用标定的氢氧化钾-异丙醇标准溶液滴定样品, 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:	6s	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:	150	预控 mv 值:	-120mv

3 结果与讨论

3.1 结果测试

1) 客户样品测试

测试结果见下表

样品名	c(KOH-异丙醇) (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	空白值 (mL)	酸值 (mg/g)	平均含量
		1.1550	2.524		8.368	
原油 1#	0.06948	1.0369	2.629	0.04	9.732	9.299
		1.0858	2.769		9.797	
原油 2#	0.08740	5.2819	0.561	0.161	0.372	0.353

		5.0497	0.521		0.351	
		5.2597	0.521		0.337	
		5.17905	2.654		2.756	
基础油	0.1004	6.20660	3.330	0.120	2.913	2.891
		5.93560	3.287		3.005	

2) 标准品验证

样品名称	c(KOH-异丙醇) (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	空白值 (mL)	酸值 (mg/g)	平均含量 (mg/g)	理论值 (mg/g)
1#	0.07995	5.0809	3.636	0.160	3.07	3.05	3.02±0.18
		5.1003	3.589		3.02		
		5.01509	3.576		3.06		
2#	0.07995	5.0568	0.741	0.160	0.52	0.53	0.51±0.07
		5.1136	0.761		0.54		
		5.05887	0.741		0.52		

加黑数字是标准品依据 ASTM D664 测试的结果的检定值和不确定区间

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

X: 样品中酸值含量, 单位为微克每克 (mg/g);

V1: 测定用试样消耗氢氧化钾-异丙醇标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V0: 试剂空白试验消耗氢氧化钾-异丙醇标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

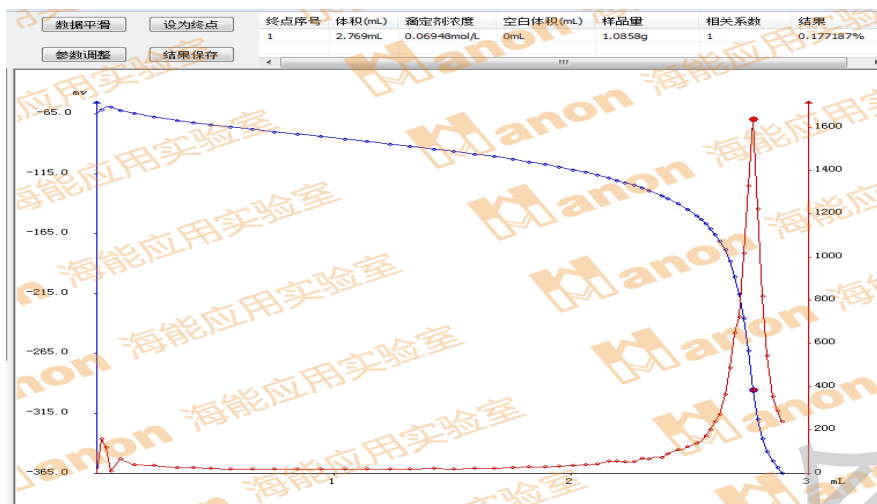
M: 称取试样的质量, 单位为 g;

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

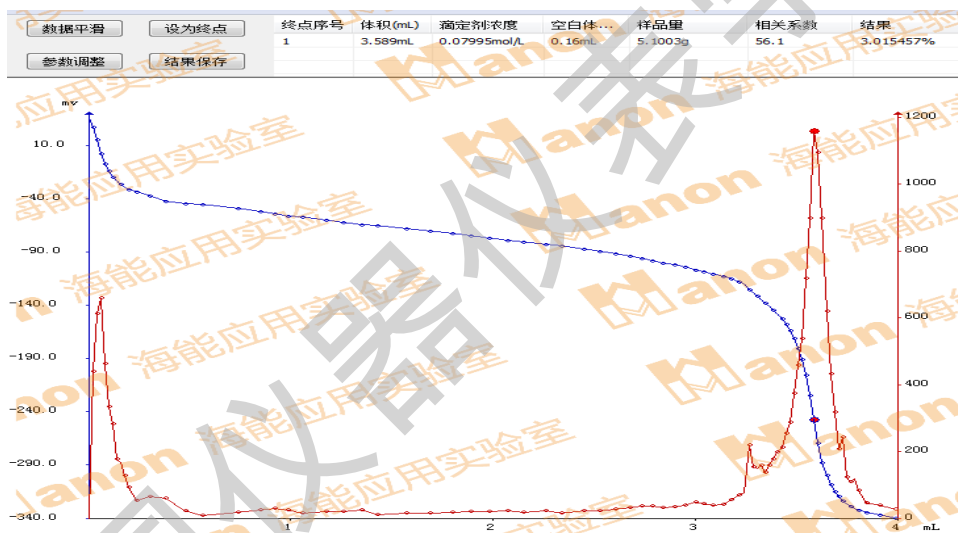
56.1—换算系数。

3.2 滴定图谱

1) 试样的滴定图谱



2) 标准品滴定图谱



3.3 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酸值，能够满足石油产品的测定需求，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) 对于酸值含量小于 1mg/gKOH 以下的样品，取样量建议在 20g 左右，由于样品较少，该实验方案仅供参考。
- (2) 在测试完成后，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。
- (3) KOH-异丙醇滴定液需要每次测试之前进行浓度的标定。因为 KOH 会和空气中的 CO₂

反应生成难溶的 K_2CO_3 ，堵塞管道。

中国仪器仪表学会