

Определение бромного числа нефтепродуктов. ГОСТ 8997, ASTM D 1159

Метод измерения: потенциометрическое поляризационное титрование при постоянном токе.

Электроды: - двойной платиновый электрод;
- электрод температурной компенсации.

Титрант: 0,25 моль/дм³ раствор KBr-KBrO₃

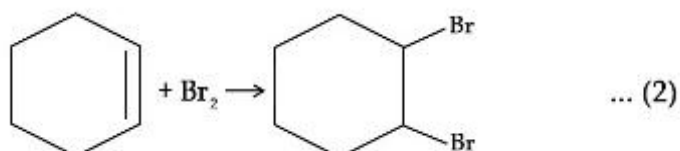
Растворитель для титрования: смесь ледяной уксусной кислоты, толуола, метанола и H₂SO₄(1+5) в соотношении 714 : 134 : 134 : 18 по объему.

Охлаждаемая ячейка для титрования с возможностью подключения к криостату для обеспечения температуры (0... 5)°C или ячейка для использования льда.

1. Область применения и терминология

Бромное число нефтепродуктов измеряют с помощью поляризационного титрования при постоянном токе в соответствии с ASTM D 1159 «Стандартный метод определения бромных чисел нефтяных дистиллятов и товарных алифатических олефинов методом электрометрического титрования» и «JIS K2605 Нефтяные дистилляты и коммерческие алифатические олефины. Определение бромного числа - электрометрический метод».

Бромное число - это количество граммов брома, реагирующее со 100 г образца в условиях испытания. Бромное число выражается в единицах гBr₂ / 100 г. При измерении бромного числа в раствор испытуемого образца, содержащий сильную кислоту, добавляют водный раствор бромид-бромата калия. Образующийся в процессе реакции бром взаимодействует с двойной связью углерод-углерод в непредельных углеводородах. Химические формулы реакции образования брома и реакции присоединения приведены в формулах (1) и (2).



При титровании между платиновыми электродами поддерживается постоянный ток и измеряется поляризационный потенциал. После точки эквивалентности количество брома в растворе возрастает и наблюдается резкое изменение потенциала, по которому определяется конечная точка титрования (КТТ).

2. Примечания

1) Работайте с реагентами в хорошо проветриваемом помещении или вытяжном шкафу.

2) Во время титрования в ячейке для титрования поддерживайте температуру в диапазоне (0-5) ° С.

3. Процедуры после титрования

Промойте электрод и титрационный наконечник этанолом и чистой водой, а затем держите их погруженными в чистую воду. Если титрационный наконечник оставить на воздухе, он засорится осадком из компонентов титранта.

4. Процедура определения бромного числа

- Подготовка раствора образца:

1) Добавьте 10 см³ 1,1,1-трихлорэтана или дихлорэтана в мерную колбу объемом 50 см³.

2) Добавьте навеску (г) испытуемого образца в колбу и измерьте ее массу.

3) Добавьте 1,1,1- трихлорэтан или дихлорэтан до метки колбы и перемешайте.

- Установка значений постоянного тока

1) Нажмите кнопку [Калибровка].

2) Установите канал на титраторе «Ch3 / Pol».

3) Нажмите кнопку и установите следующее.

Режим калибровки: ток, ток поляризации: 5,00 мкА

4) Погрузите двойной платиновый электрод в растворитель для титрования и выполните калибровку.

- Холостой опыт (Бланк)

1) Добавьте 110 см³ растворителя для титрования в охлаждаемую ячейку.

2) Поддерживайте температуру растворителя для титрования в диапазоне (0-5) °С.

3) Добавьте 5 см³ 1,1,1-трихлорэтана или дихлорэтана.

4) Титруйте 0,25 М раствором KBr-KBrO₃.

- Измерение

1) Добавьте 110 см³ растворителя для титрования в охлаждаемую ячейку.

2) Поддерживайте температуру растворителя для титрования в диапазоне (0-5) °С.

3) Добавить 5 см³ раствора образца.

4) Титруют 0,25 М раствором KBr-KBrO₃

5. Расчет

$$\text{Бромное число (гBr}_2\text{/100г)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} / (\text{R} \times \text{S})$$

EP1 : расход титранта (см³)

BL1 : расход титранта (бланк, см³) = 0.01207

TF : коэффициент титра = 1.0065

C1 : коэффициент пересчета концентрации = 15,98
(пересчет г брома на 100 г образца с учетом молекулярной массы брома и перевода см³ в дм³)

R : фактор разбавления = 0.1

S : навеска образца , (г)

Параметры титрования

-Titration parameter-

< Titr. Mode > : Auto Intermit

< Titr. Form > : EP Stop

< Titr. Para. >

Max. Volume : 0.25 (mL) (blank test)

: 20 (mL) (sample)

Channel/Unit(Ctrl.) : Ch3, mV

Channel/Unit(Ref.) : Off

pH Polarity : Standard

Titration Type Check : No Check

Direction : Auto

Wait Time : 0 (s)

Dose Mode : None

< Ctrl. Para. >

Number of EP : 1

End Sense : Auto

Gain : 1

Data Sampling : Auto

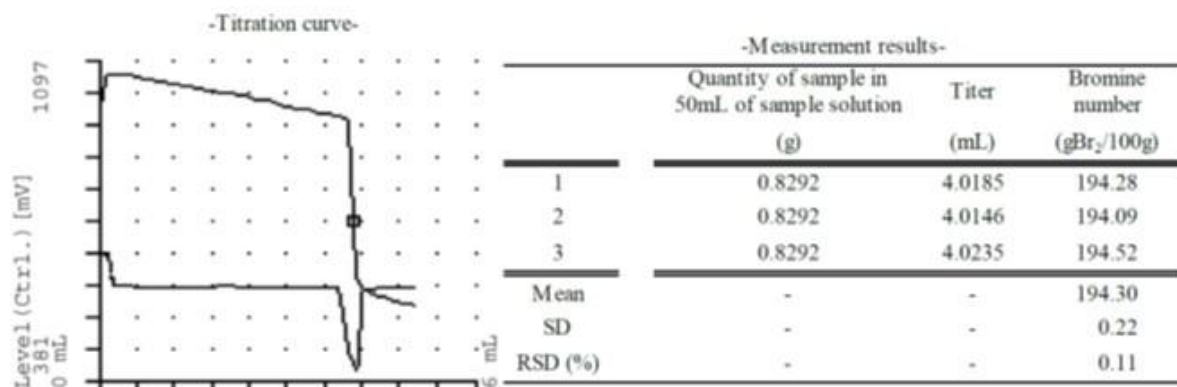
Ctrl. Speed : Standard

Other Ctrl. : Standard

Auto Int. Mode : Standard

Stirrer Speed : 3

Пример кривой титрования и полученных результатов



6. Резюме

Результаты титрования показали хорошую повторяемость с 0,11% RSD (относительное стандартное отклонение), а различия между результатами находятся в пределах допустимых отклонений, указанных в ASTM D 1159.