

Определение щелочного числа. ГОСТ 30050, ASTM D 2896

Метод измерения: потенциометрическое кислотно-основное титрование

Прибор: Автоматический потенциометрический титратор АТ-710В/С/М -20 со стандартным предусилителем.

Электроды:

- индикаторный - стеклянный рН-электрод Н-171
 - электрод сравнения - хлорсеребряный электрод с двойным солевым мостиком
- R-173 (внутренний электролит – насыщенный раствор NaClO_4 в ледяной уксусной кислоте)
- электрод температурной компенсации

Титрант:

0,1М раствор хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте

Растворитель для титрования: смесь ледяной уксусной кислоты и хлорбензола (1:2)

1. Область применения и терминология

Определение щелочных компонентов в нефтепродуктах методом потенциометрического титрования раствором хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте

Щелочное число (TBN) – количество заданной в методе кислоты, выраженное в мг КОН на 1 г образца нефтепродукта, затраченное на титрование растворенного в заданном растворителе образца до конечной точки титрования с использованием заданной в методе системы детектирования

Щелочное число (TBN) нефтепродукта измеряется по методу ASTM D 2896 «Стандартный метод определения щелочного числа методом потенциометрического титрования хлорной кислотой». Образец, растворенный в смешанном растворителе (хлорбензол и ледяная уксусная кислота), титруется 0,1М раствором хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте. Точка перегиба кривой титрования рассматривается как конечная точка титрования (КТТ). Щелочное число рассчитывается из объема раствора хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте, затраченного на титрование до КТТ.

2. Примечания

- 1) При проведении повторных измерений щелочного числа для повышения чувствительности электродов требуется их регенерация. После измерения промойте электроды с помощью растворителя для титрования и затем погрузите их в дистиллированную воду до тех пор, пока потенциал не станет стабильным. Перед следующим измерением снова промойте электроды растворителем для титрования.
- 2) Не оставляйте электроды, погруженными в растворитель для титрования.
- 3) При загрязнении стеклянного электрода промойте его, погрузив холодную хромовую кислоту раствор на 5 минут.
- 4) Титр 0,1М раствора хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте проверяют не менее одного раза в неделю.
- 5) Из-за относительно высокого коэффициента расширения органических жидкостей титрант - 0,1М раствор хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте - рекомендуется применять при температуре, отличающейся от температуры, при которой титрант был стандартизован, не более, чем на $\pm 5^{\circ}\text{C}$.
- 6) Подготовку образцов и титранта следует проводить в хорошо проветриваемом помещении или вытяжном шкафу.

3. Процедуры после титрования

В связи с тем, что чувствительность электродов после серии измерений ухудшается, восстанавливайте их чувствительность по методу, описанному в п.1 Примечаний.

4. Процедура определения щелочного числа

Холостой опыт

- 1) Добавьте 60 см^3 растворителя для титрования в высокий стакан емкостью 200 см^3 .
- 2) Титруйте 0,1М раствором хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте.

Измерение

- 1) Взвесьте 1 г образца в высоком стакане емкостью 200 см^3 .
- 2) Добавить 60 см^3 растворителя для титрования.

3) Титруйте 0,1М раствором хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте до КТТ.

5. Расчет

Щелочное число = $(EP1 - BL1) \times TF \times C1 / S$

EP1: Расход титранта (см³)

BL1: Расход титранта (бланк, см³)

TF: Коэффициент титра

C1: Коэффициент пересчета концентрации (с учетом молярной массы KOH) = 5.611 г/см³

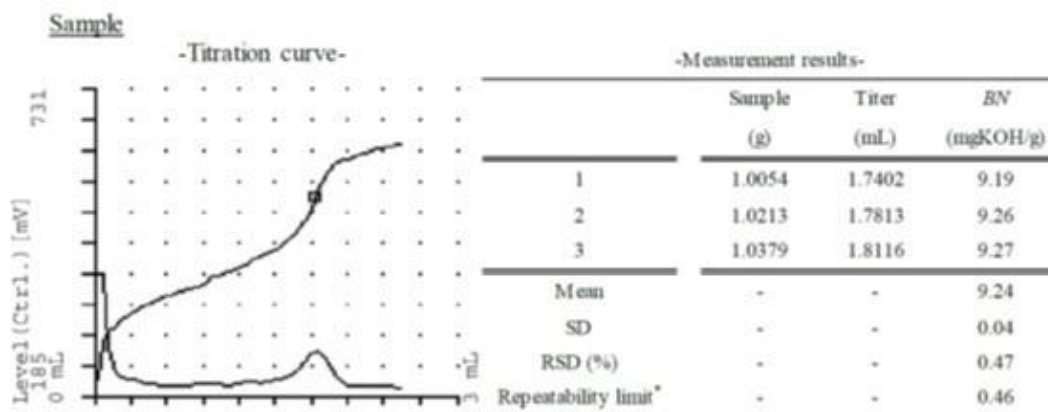
S: Масса образца, г

Параметры титрования:

<u>< Titr. Mode ></u>	: Auto Int.	<u>< Ctrl. Para. ></u>	
<u>< Titr. Form ></u>	: EP Stop	Number of EP	: 1
<u>< Titr. Para. ></u>		End Sense	: Auto
Max. Volume	: 0.2 (mL) (Blank test)	Gain	: 1
	: 20 (mL) (Sample)	Data Sampling	: Auto
Channel/Unit(Ctrl.)	: Ch1, mV	Ctrl. Speed	: Standard
Channel/Unit(Ref.)	: Off	Other Ctrl.	: Standard
pH Polarity	: Standard	Auto Int. Mode	: Blank (Blank test)
Titr. Type Check	: No Check		: Standard (Sample)
Direction	: Auto	Stirrer Speed	: 3
Wait Time	: 10 (s)		
Dose Mode	: None		

Пример кривой титрования и полученных результатов

APAT-0133en



* Предел повторяемости = $0,05X$
арифметическое

X – среднее

6. Резюме

Результаты титрования показали хорошую повторяемость с 0,47% RSD (относительное стандартное отклонение), а различия между результатами титрований находятся в пределах допускаемых отклонений, указанных в ASTM D2896 и JIS K2501.