

电位滴定法测定石油的总碱值

1 前言

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。

2 仪器和试剂

2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪，非水 PH 复合电极，10mL 滴定管。

2.2 试剂

高氯酸滴定液 (0.1 mol/L)，氯苯，冰乙酸。

3 实验方法

3.1 实验步骤

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。

3.2 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

4 结果与讨论

4.1 实验数据

1) 试样的总碱值测定：

样品名称	c(HClO ₄) (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	空白值 (mL)	碱值 (mgKOH/g)	平均含量 (mgKOH/g)
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)	
1#	0.1018	0.53444	6.558	0.02	69.86	69.88	70.11±1.75	
		0.61371	7.478		70.10			
		0.60897	7.461		69.78			
2#		5.1218	5.374		5.97	6.02		5.98±0.15
		5.0335	5.375		6.08			
		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。

4.2 计算公式

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

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)；

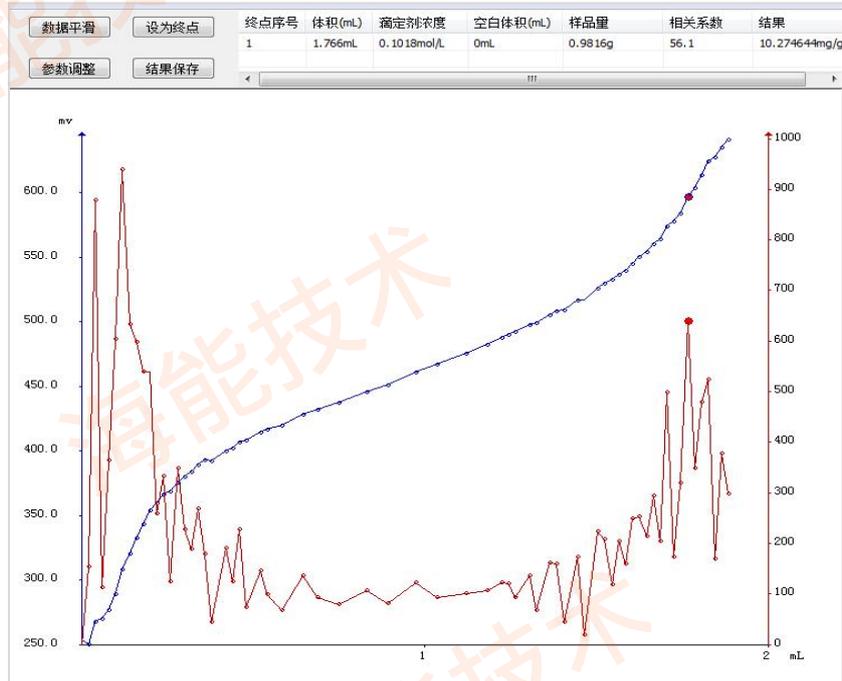
m---称取试样的质量，单位为 g ；

C ---高氯酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

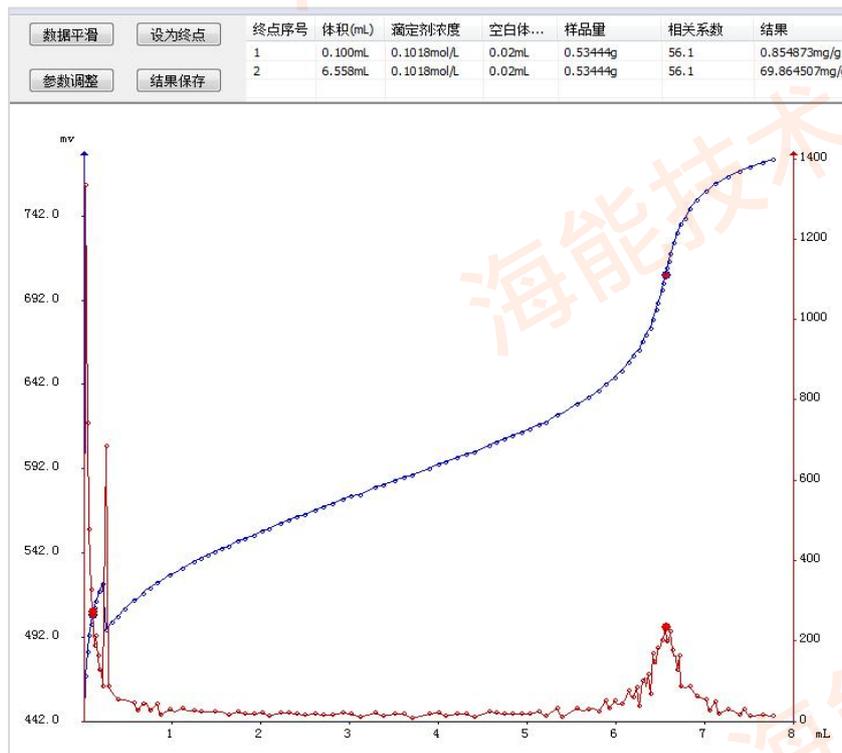
56.1---换算系数。

4.3 滴定图谱

1) 试样的滴定图谱：



2) 标准烃油滴定图谱：



4.4 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。

参考文献

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