

## 电位滴定法测定石油产品的碱值

### 一、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 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。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

T960 自动电位滴定仪，非水 PH 复合电极，分析天平等

#### 2.2、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

### 三、实验方法

#### 3.1、实验过程：

##### (1) 所用溶液的配置：

0.1mol/L 的 KOH-异丙醇溶液的配置及标定

0.1mol/L 的 HCl-异丙醇溶液的配置及标定

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) 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  $V_1$ 。

### 3.2、仪器参数

T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定类型：	动态滴定	方法名：	返滴定法测定石油碱值
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)

#### 四、结果与讨论

##### 4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

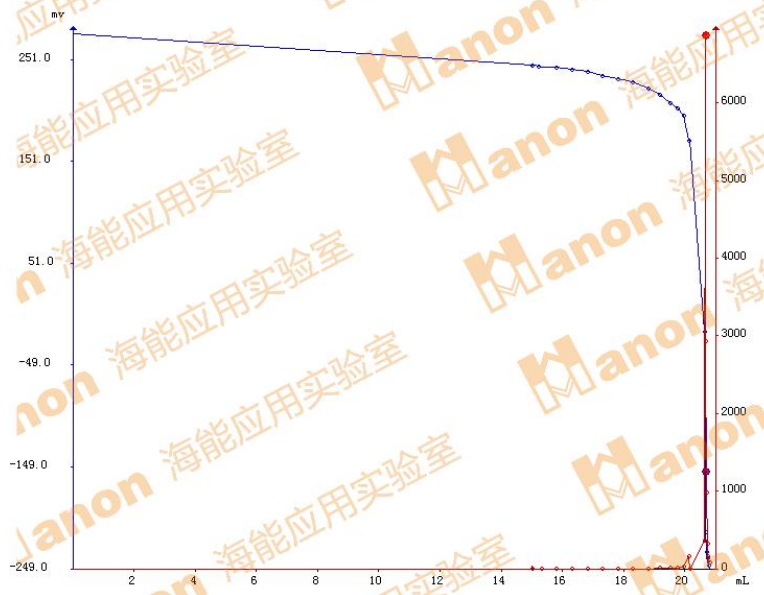
表 2 含量测试结果

样品名称	取样量 /g	c(KOH-异丙醇)/mol/L	空白体积 V <sub>1</sub> /mL	滴定体积 V <sub>2</sub> /mL	碱值 /mgKOH /g	平均碱值 /mgKOH/ g
油品 1#	0.4691	0.070	20.576	12.775	65.299	65.287
	0.4691			12.762	65.411	
	0.4762			12.675	65.150	
油品 2#	1.0161	0.07593	12.186	19.246	5.140	5.019
	2.0405			18.005	4.949	
	2.0111			18.031	4.969	
标准品	2.1568	0.07593	12.186	7.166	10.060	10.082
	2.1080			7.200	10.075	
	2.1202			7.154	10.110	
备注：该方法通过使用油标准品（10mgKOH/）的验证，发现测试结果在 10.10，在置信区间（10.18±0.53）内，验证该测试方法符合油品测试要求						

##### 4.2、滴定图谱

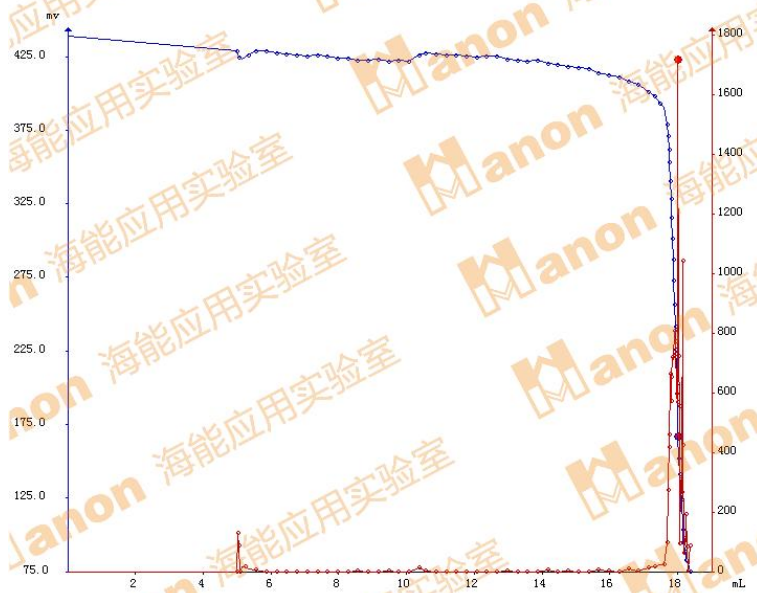
1) 空白滴定图谱：

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体...	样品量	相关系数	结果
		1	20.669mL	0.1086mol/L	0mL	Dg	56.1	0.000000mg/g
参数调整	结果保存							



2) 样品滴定图谱:

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体...	样品量	相关系数	结果
		1	18.005mL	0.1086mol/L	20.576mL	2.0405g	56.1	-7.676410mg/g
参数调整	结果保存							



4.3、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。

## 五、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。

## 六、参考文献

1.ASTM D4739 Standard Test Method for Base Number Determination by Potentiometric Titration.