

## Определение кислотного числа. ГОСТ 32327, ASTM D 664

Метод измерения: потенциометрическое кислотно-основное титрование.

Электроды: комбинированный стеклянный pH-электрод С-173 для неводных титрований (внутренний раствор: 1 М раствор LiCl в этаноле).

Титрант: 0,1М раствор гидроксида калия в 2-пропаноле

Растворитель для титрования: толуол: чистая вода: 2-пропанол = 500 : 5 : 495 ( по объему).

### **1. Область применения и терминология**

Измерение кислотного числа нефтепродуктов (TAN) выполняется в соответствии с ASTM D 664 «Стандартный метод определения кислотного числа нефтепродуктов методом потенциометрического титрования».

Пробу испытуемого образца титруют 0,1М раствором гидроксида калия в 2-пропаноле, точка перегиба на кривой титрования рассматривается как конечная точка титрования (КТТ). Если в кривой титрования отсутствует четкая точка перегиба, то за КТТ принимаются показания прибора, соответствующие значению водного буферного раствора, указанному в стандарте. Кислотное число рассчитывается по объему 0,1 М раствора гидроксида калия, затраченного на титрование образца до КТТ.

Образцы для испытаний растворяют в смешанном растворителе из толуола и 2-пропанола с небольшим количеством воды. Нефтепродукты, растворенные в смешанном растворителе, содержат такие компоненты, как органические и неорганические кислоты, сложные эфиры, фенольные соединения, смолы, соли тяжелых металлов, соли аммония, слабые кислоты и хлориды многоосновных кислот.

### **2. Примечания**

1) Для предотвращения снижения чувствительности стеклянного электрода, необходимо после каждого измерения выдерживать pH-электрод при pH 4,5-5,5 в растворе соляной кислоты в течение примерно 5 мин.

2) 0,1 М раствор гидроксида калия в 2-пропаноле следует стандартизировать, как только изменение концентрации превышает 0,0005 моль /дм<sup>3</sup>.

3) В случае ненадлежащих значений повторяемости или нечеткой точки перегиба, рекомендуется продувка азотом для снижения влияния CO<sub>2</sub>, содержащегося в воздухе.

4) Для исключения влияния CO<sub>2</sub>, рекомендуется добавлять растворитель для титрования в химический стакан только **перед титрованием**.

5) Чтобы устранить влияние CO<sub>2</sub>, рекомендуется установить скорость перемешивания на «2».

### **3. Процедуры после титрования**

В связи с тем, что чувствительность рН-электродов после серии измерений ухудшается, рекомендуется восстанавливать их чувствительность по процедуре, описанной в п.2. Примечаний.

### **4. Процедура определения щелочного числа**

#### **Холостой опыт (бланк)**

1) Добавьте 125 см<sup>3</sup> растворителя для титрования в стакан емкостью 200 см<sup>3</sup>.

2) Продуйте азотом поверхность раствора со скоростью 200 дм<sup>3</sup>/мин и титруйте

0,1 М раствором гидроксида калия в 2-пропаноле для измерения уровня холостого опыта (бланка).

Измерение

1) Взвесьте требуемое количество образца (см. таблицу 1 ASTM D 664) в стакане емкостью 200 см<sup>3</sup>.

2) Добавьте 125 см<sup>3</sup> растворителя для титрования в стакан.

3) Продуйте азотом поверхность раствора со скоростью 200 дм<sup>3</sup> /мин) и титруйте

0,1 М раствором гидроксида калия в 2-пропаноле до КТТ.

## 5. Расчет

Кислотное число (мг КОН/г) = (EP1 - BL1) × TF × C1 / S

EP1 : Расход титранта, см<sup>3</sup>

BL1: Расход титранта (бланк, см<sup>3</sup>) = 0.1262 см<sup>3</sup> (Образец ①)

= 0.1039 см<sup>3</sup> (Образец ②)

= 0.1060 см<sup>3</sup> (Образец ③)

TF : Коэффициент титра = 0.9606 (Образец ①)

= 0.9340 (Образец ②)

= 0.9324 (Образец ③)

C1 : Коэффициент пересчета концентрации (с учетом молярной массы КОН) = 5.61 мг/мл

S : Масса образца, (г)

## Параметры титрования:

-Titration parameter-

< Titr. Mode > : Auto Int.

< Titr. Form > : EP Stop

< Titr. Para. >

Max. Volume : 20 (mL)

Channel/Unit(Ctrl) : Ch1, mV

Channel/Unit(Ref.) : Off

pH Polarity : Standard

Tit. Type Check : No Check

Direction : Negative

Wait Time : 10 (s)

Dose Mode : None

< Ctrl. Para. >

Number of EP : 1

End Sense : Set

dE : 125.0 (dE) (Sample ①,②)

: 100.0 (dE) (Sample ③)

dE/dmL : 100.0 (dE/dmL)

Gain : 1

Data Sampling : Auto

Ctrl. Speed : Slow (Sample ①)

: Standard (Sample ②,③)

Other Ctrl. : Standard

Auto Int. Mode : Blank (Blank test)

: Standard (Sample ①~③)

Stirrer Speed : 2

## Пример кривой титрования и полученных результатов

<<Titration Result>>

Sample No.	: 01-08	Titration Date	: 21/11/2018 15:41:36
Model/Serial No.	: AT-710(MCU-710) / 19381861	Titration Time	: 00:01:15
Operator	:		
Method Name	: Acid number 664 A		
Titration Mode	: Intermit	Titration Form	: Level Stop
Titration Burette	: 1	Channel,Unit	: Ch1,pH
Titration Reagent	: 0.1 M KOH		
Titrant Temp.	: --- [Deg.C]	Comp.Temp.	: --- [Deg.C]
Sample Name	: KH-1		
Sample ID	: T5	Sample Size	: 20.083100 [g]
Initial Temp.	: --- [Deg.C]	Final Volume	: 0.3000 [mL]
Initial Pot.	: 8.097 [pH]	Final Pot.	: 10.738 [pH]
Remarks	:		

		EP1	EP2	EP3	EP4	EP5
EP Titration	[mL]	0.2934	-	-	-	-
EP Level	[pH]	11.000	-	-	-	-

[Result]

Calculation Result 1	Calculation Result 2	-	-	-
[mgKOH/g]	[ml]			
0.043	0.293	-	-	-

[Titration Curve]



## 6. Резюме

Результаты титрования для каждого образца (разница двух результатов) были в пределах повторяемости, указанной в ASTM D 664 и JIS K2501.