

电位滴定应用报告 AB-CN(CC)-00005-10-907-012014

自动电位滴定法测定有机热载体油中 TAN 含量参数优化验证

应用领域

化工行业

关键词

907；有机热载体；TAN；参数优化验证

摘要

采用 907 滴定仪，非水 pH 电极，测定有机热载体油中总酸值，即 TAN 含量，对滴定参数进行优化，并用近 20 种样品对此参数进行了验证。

样品

样品均为黄棕色或黑棕色油状液体。

仪器

907Titrand	1.907.0010
815 样品处理器	2.815.0030
772 泵	2.772.0110
802 搅拌	2.802.0040
800 Dosino	2.800.0010
配液单元 50 mL	6.3032.250
配液单元 10 mL	6.3032.210
pH 电极	6.0229.100

试剂

- 甲苯，AR
- 异丙醇，AR
- KOH,AR
- 邻苯二甲酸氢钾，基准

样品预处理

精密称取黄棕色样品 30g 左右，黑棕色样品 10g 左右，置一次性塑料杯中，置于样品盘上，通过方法程序加溶剂（甲苯：异丙醇：水=495：500：5）50mL，用 KOH 滴定液（0.05mol/L）滴定至终点，在溶剂中清洗电极，然后

在水中活化 1 分钟，再在溶剂中除水后可进行下一个样品测定。

参数

905 Titrand

Parameters

>Method

DETU

>Titration parameters

Titration rateuser

Signal drift **20mV/min**

Min. waiting time 0s

Max. waiting time 26s

Measuring point density 2

Min. increment **50μl**

Max. increment **100μl**

>Evaluation

Evaluation with measured value window(U)

Lower limit mV **-350**

Upper limit mV **0**

EP criterion **5**

EP recognition **greatest**

>Stop conditions

Stop measured value **-460mV**

结果

$TAN(mg/g) = 56.11 \times C_{KOH} \times (EP1 - Blank) / C00$

56.11—KOH 分子量

C_{KOH} —0.0466 mol/l

C00—样品量（g）

Blank—0.1681 ml

常州鑫宝油脂有限公司导热油

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
25.1481	0.5969	0.0446
24.8292	0.6105	0.0466
19.6092	0.5015	0.0445

Mean	0.0452
RSD(%)	2.63

常州鑫宝油脂有限公司导热油 2

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
30.5540	0.4662	0.0255
30.6638	0.4816	0.0267
20.0382	0.3616	0.0253
Mean		0.0258
RSD(%)		2.95

远宇化纤

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
11.7475	0.6975	0.1183
11.7475	0.7205	0.1229
5.7393	0.4376	0.1228
Mean		0.1213
RSD(%)		2.17

远宇化纤 8-12

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
11.0131	0.7089	0.1284
10.9959	0.6712	0.1196
12.0409	0.5845	0.1269
Mean		0.1250
RSD(%)		3.77

2013112899

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
5.5838	1.3478	0.5524
2.9986	0.7940	0.5458
3.3250	0.8731	0.5544
Mean		0.5509
RSD(%)		0.82

2013113001

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
1.5181	1.8393	2.8782

1.8506	2.2094	2.8840
2.3000	2.7087	2.8880

Mean	2.8834
RSD(%)	0.17

2013113008

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
5.7840	0.3605	0.0870
10.6902	0.5358	0.0899
10.5765	0.5314	0.0898
Mean		0.0889
RSD(%)		1.86

2013113014

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
3.0567	1.4640	1.1084
3.2737	1.5157	1.0762
11.5332	4.8211	1.0929
Mean		1.0925
RSD(%)		1.47

2S-3

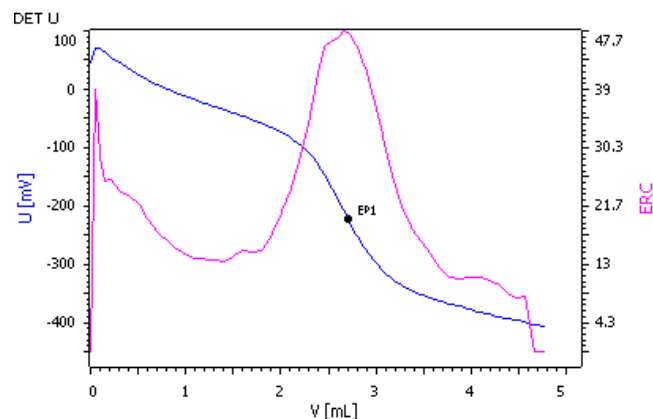
C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
6.5102	1.0666	0.3608
5.2410	0.8476	0.3390
5.0479	0.8260	0.3407
Mean		0.3468
RSD(%)		3.50

2S-2

C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
4.2203	1.3433	0.7280
4.6963	1.4833	0.7322
4.1013	1.3088	0.7271
Mean		0.7291
RSD(%)		0.37

其余油

名称	C00 (g)	EP1(ml)	TAN(mg/g)
2S-1	23.1670	0.7789	0.0689
2S-5	37.2675	0.4442	0.0194
2013113011	5.8147	1.4188	0.5624
2013113005	7.7751	0.4074	0.0805
2013102105	25.3553	0.3749	0.0213
鑫宝油脂内检 导热油	6.1878	0.2897	0.0514
江苏苏标纺织 有限公司 320 导热油	27.8967	0.2539	0.0080
常州乐凯性能 材料	20.6385	0.2289	0.0290



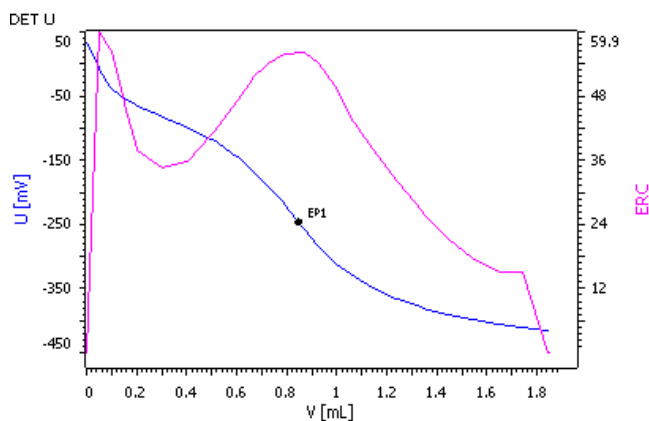
2013113001 滴定图谱

讨论

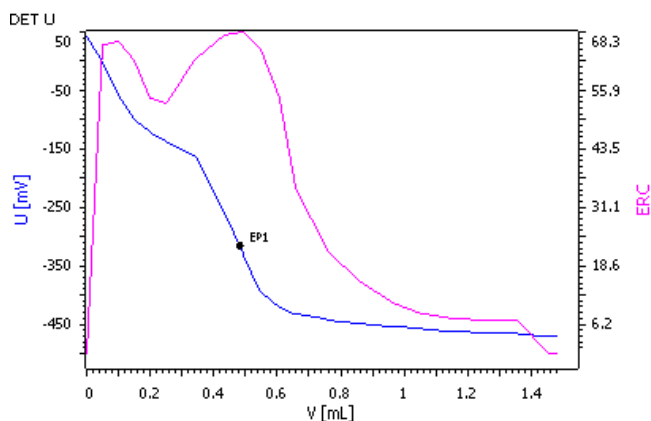
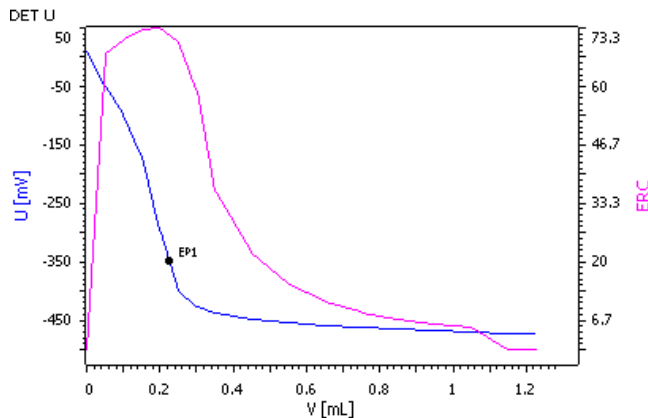
1.建立了油中 TAN 测定的自动化方法，并通过多次实验对比，优化了油中 TAN 含量测定的滴定参数，对 TAN 分布在 0.01—10.0 mgKOH/g 的近 20 种油在此参数下测定，滴定终点明显，选取其中 10 种油进行了重复性实验，结果平行性好，表明此参数对测定油中 TAN 较为合适。

2.滴定剂的浓度建议选择 **0.050mol/L** 左右。

3.测定空白时，用上述参数测定的图谱如下：

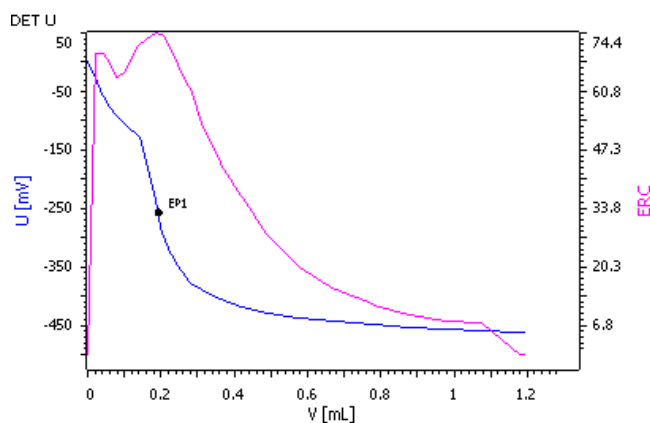


2S-3 滴定图谱



常州鑫宝油脂有限公司导热油 2 滴定图谱

建议将 **Min. increment** 改为 **20μl**，得到图谱如下



日期

2014-01-09

报告人

杨秀丽

MetrohmChinaLtd.

附图:

