

T960 系列全自动滴定仪测定原油的皂化值

贺秀贤, 李志永, 周雄晨, 姚龙

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 采用电位滴定的方法测定原油的皂化值, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 皂化值; 电位滴定

油脂皂化值的定义是指皂化 1g 石油产品的可皂化物所需氢氧化钾的质量, 单位是 mg/g。可皂化物一般含游离脂肪酸及脂肪酸甘油酯等。油品的皂化值, 实际上是表示油中有机酸性物质和酯类的总含量, 即包含酸值。皂化值的大小可以说明油的劣化程度, 皂化值与酸值之差越大, 即可预测油品劣化后形成油泥沉淀物的倾向越大。本次实验根据 GB/T 8021-2003 石油产品皂化值测定法测定油品的皂化值, 检测结果准确, 操作简便, 能够满足原油常规检测之需求。

1 基本信息

1.1 样品信息

原油

1.2 检测指标

皂化值

1.3 测试仪器

T960 全自动电位滴定仪, 非水 PH 复合电极。

1.4 参考方法

GB/T 8021-2003 石油产品皂化值测定法

1.5 通用试剂

HCl-乙醇溶液(0.2mol/L), KOH-乙醇溶液(0.2mol/L), 丁酮, 无水乙醇, 石油醚(沸程 60-90)

2 实验过程

2.1 空白实验

用 25mL 移液管准确移取 25mL 丁酮于锥形瓶中, 再用 20mL 移液管准确移取 20mL KOH-乙醇, 将冷凝管和锥形瓶连接, 并用水浴锅在 (90—95°C) 条件下加热回流 30min, 回流结束后, 使用 25mL 60-90 沸程的石油醚沿着冷凝管内壁加入到锥形瓶中, 然后将锥形瓶中的试样转移至滴定杯中, 并用石油醚充分洗涤锥形瓶, 并将洗液一并转移至滴定杯中, 放置于

搅拌台，启用编辑的方法，用标定的 HCl 滴定液滴定至电位突跃点，并重复测试 3 次，即为空白体积 V_1 。

2.2 试样皂化值测试

称取一定质量的待测油样（5g）置于干燥的锥形瓶中，用 25mL 移液管准确移取 25mL 丁酮于锥形瓶中溶解试样，再用 20mL 移液管准确移取 20mLKOH-乙醇，将冷凝管和锥形瓶连接，并用水浴锅在（90—95℃）条件下加热回流 30min，回流结束后，使用 25mL 60-90 沸程的石油醚沿着冷凝管内壁加入到锥形瓶中，然后将锥形瓶中的试样转移至滴定杯中，并用石油醚充分洗涤锥形瓶，并将洗液一并转移至滴定杯中，放置于搅拌台，启用编辑的方法，用标定的 HCl 滴定液滴定至电位突跃点，并重复测试 3 次，即为试样体积 V_2 。

2.3 仪器参数

滴定类型:	动态滴定	方法名:	石油皂化值含量测定
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
滴定速度:	标准	滴定前平衡电位:	10mv
最小添加体积:	0.02mL	结束体积:	30mL
电位突跃量:	800mV	预控 mv 值:	无
相关系数:	-56.1	结果单位:	mg/g
滴定剂名称:	HCl-乙醇	理论浓度:	0.2(标定的浓度)

3 结果与讨论

3.1 测试结果

样品名称	取样量 g	c(HCl-乙醇) mol/L	空白体积 V_1 /mL	滴定体积 V_2 /mL	皂化值 mgKOH/g	平均皂化值 mgKOH/g
	5.22499			18.861	6.7308	
油品	5.97315	0.1692	22.566	18.454	6.5345	6.6445
	5.82062			18.477	6.6682	

计算公式：
$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 56.1}{m}$$

X---样品中皂化值含量，单位为毫克 KOH 每克 (mgKOH/g)；

V₁---测定空白消耗 HCl-乙醇标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；

V₂---测试试样消耗 HCl-乙醇标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；

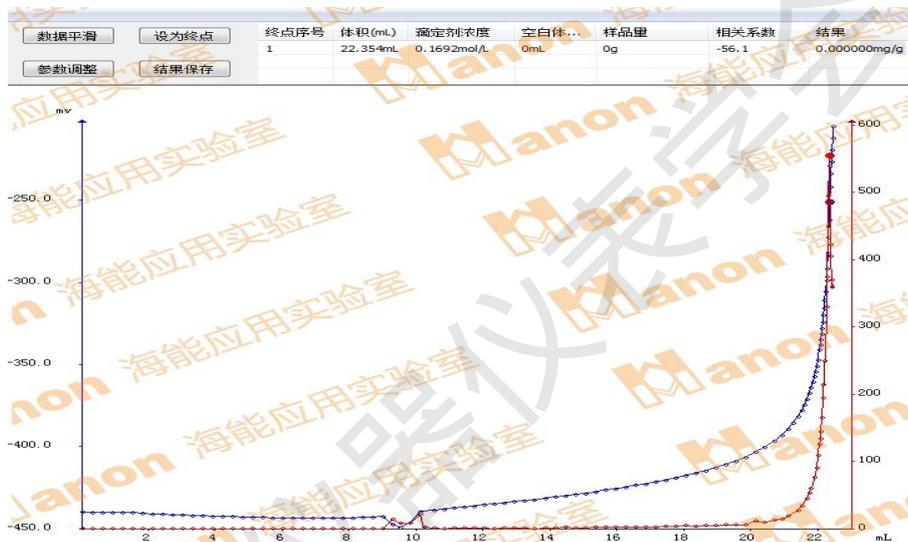
m---称取试样的质量，单位为 g；

C ---HCl-乙醇标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

56.1---换算系数

3.2 滴定图谱

(1) 空白滴定图谱



(2) 样品滴定图谱



3.3 实验结论

该方案测定油品皂化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。

4 注意事项

- (1) 氢氧化钾需要定量加入并必须保证过量。
- (2) 在用石油醚冲洗冷凝管时，要缓慢加入。
- (3) 取样量的选择：取样量是 $1\text{g} \leq m \leq 20\text{g}$ ，根据样品的大概皂化值含量确定取样量，值得注意的是取样量变化，加入的 KOH 的体积也需适当调整，必须保证过量。
- (4) 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。
- (5) 加热回流温度设置在 90°C 左右，加热回流过程中需要不断震荡锥形瓶，且加热回流时间需要确定为 30min。