

Application Note AN-H-141

Säurezahl in Rohöl und Gasöl gemäß ASTM D8045

Schnelle und zuverlässige Analyse verschiedener Ölprodukte, die in der petrochemischen Industrie verwendet werden, durch thermometrische Titration

Die genaue Kenntnis der Gesamtsäurezahl im Rohöl ist wichtig für die Bestimmung des Rohölpreises. Darüber hinaus können durch die Überwachung des Säuregehalts von Rohöl und den zugehörigen Prozessölen unerwartete Abschaltungen verhindert und somit kostspielige Aufbereitungschemikalien erhalten werden. Die thermometrische Titration ist eine zuverlässige Methode für die Analyse der Gesamtsäurezahl (TAN) in verschiedenen Erdölprodukten. Bei der thermometrischen Titration

(TET) wird nicht das Potenzial, sondern die Enthalpieänderung der Reaktion überwacht. Der Endpunkt der Titration wird durch einen Knick in der Temperaturkurve angezeigt. In dieser Application Note wird die Säurezahl von diversen Ölprodukten durch Titration nach ASTM D8045 mit Hilfe der katalytischen thermometrischen Titration bestimmt. Im Vergleich zur potentiometrischen Titration ist die TET schneller und bequemer.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird an verschiedenen Rohölprodukten demonstriert. Eine Probenvorbereitung ist normalerweise nicht erforderlich. Einige Proben müssen jedoch vor der

Titration leicht erwärmt oder in Xylol aufgelöst werden. Es ist möglich, warme Proben (<60 °C) zu titrieren, ohne dass die Auflösung oder Präzision beeinträchtigt wird.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Bestimmungen werden mit einem OMNIS Professional Titrator durchgeführt, der mit einer dThermosonde ausgestattet ist (Abbildung 1). Um den manuellen Umgang mit Chemikalien zu vermeiden, können alle Lösungen automatisch mit einem OMNIS-Dosiermodul zugegeben werden. Eine entsprechende Menge der Probe wird in das Titriergefäß eingewogen, und Lösungsmittel sowie Paraformaldehyd werden zugegeben. Anschließend wird die Lösung bis nach dem ersten exothermen Endpunkt mit standardisiertem Kaliumhydroxid titriert (Abbildung 2).



Abbildung 1. OMNIS Titrator Professional, ausgestattet mit einer dThermosonde und einem Stabührer.

ERGEBNISSE

Diese Methode liefert sehr genaue Ergebnisse für

TAN, wie in **Tabelle 1** dargestellt.

Tabelle 1. Ergebnisse für die Bestimmung der Gesamtsäurezahl nach ASTM D8045 auf einem für die thermometrische Titration ausgestatteten OMNIS-System.

TAN (n = 6)	Mittelwert in mg KOH/g Probe	SD(rel) in %
Schneidöl	0,96	0,2
Entsalztes Rohöl	0,76	2,1
Unverarbeitetes Rohöl	0,73	1,1
Leichtes Mitteldestillat	1,23	0,0
Schweres Mitteldestillat	1,25	0,8
Schweröl	1,15	1,2
650 Endpunktgasöl	0,73	1,1

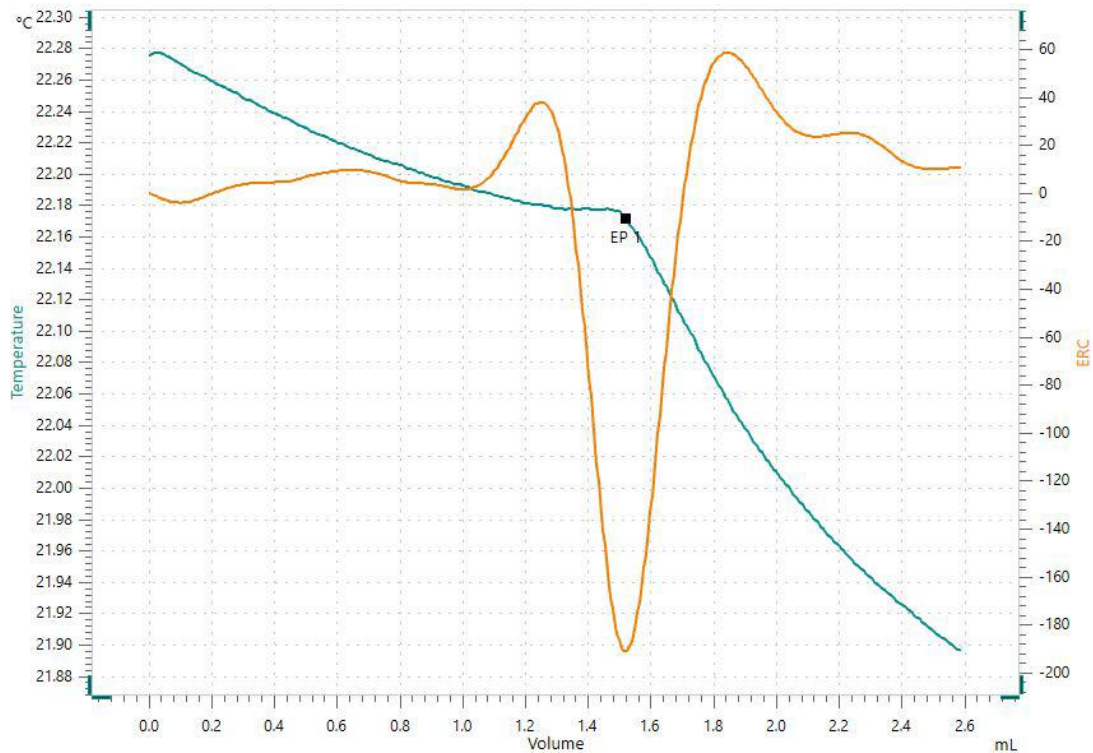


Abbildung 2. Titrationskurve der thermometrischen Bestimmung einer rohen Rohölprobe.

FAZIT

Die thermometrische Titration ist eine sehr schnelle und genaue Methode, mit der die TAN verschiedener Rohölprodukte in einer einfachen Titration bestimmt

werden kann. Es ist keine Sensorwartung erforderlich, was die TET zu einer robusten Alternative zu anderen Farbindikator-Titrationstestmethoden macht.

CONTACT

Metrohm Deutschland
 In den Birken 3
 70794 Filderstadt

info@metrohm.de

GERÄTEKONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator ohne Rührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Rührer erweitert werden. Inklusive Funktionslizenz „Professional“ für die parallele Titration mit weiteren Titrier- oder Dosiermodulen.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Erweiterbar mit Magnet- und/oder Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



dThermoprobe

Hochempfindlicher digitaler Temperaturfühler für die thermometrische Titration mit OMNIS.

Die Thermoprobe hat eine kurze Ansprechzeit und eine hohe Auflösung und ermöglicht die präzise Erfassung von kleinsten Temperaturänderungen.

Dieser Sensor kann in wässrigen und nichtwässrigen Lösungen verwendet werden, die kein HF enthalten, wie z.B. die Bestimmung von:

- Säurezahl (TAN) nach ASTM D8045
- Basenzahl (TBN)
- freie Fettsäuren
- Ca/Mg Bestimmung
- Phosphat



Rührpropeller 30 mm ETFE

Rührpropeller 30 mm ETFE mit verstellbarer Höhe für die Verwendung mit Rod Stirrer "Titrator" oder Rod Stirrer "Sample Robot"