



Application Note AN-T-179

Vollautomatische Bestimmung von TAN/TBN gemäß ASTM D664 und ASTM D2896

Schnelle und zuverlässige Analyse von mineralischen und synthetischen Motorölen, die in der Automobilindustrie verwendet werden, durch potentiometrische Titration

Die genaue Kenntnis der Säurezahl und der Basenzahl eines Motoröls ist wichtig, um dessen Qualität zu bestimmen. Die Überwachung der Gesamtsäurezahl (TAN) und der Gesamtbasenzahl (TBN) von Motorölen kann auch Schäden an Motorkomponenten verhindern. Sowohl TAN als auch TBN können in vollsynthetischen und konventionellen Motorölen, die in der Automobilindustrie verwendet werden, genau

bestimmt werden. In dieser Application Note wird die Bestimmung der TAN (ASTM D664) und der TBN (ASTM D2896) in Motorölproben mit Hilfe potentiometrischer Titrationsmethoden vorgestellt. Die automatisierte Paralleltitration wird mit dem OMNIS Sample Robot S und dem mit dSolvotroden ausgestatteten OMNIS Titrator durchgeführt.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird sowohl für vollsynthetisches Motoröl SAE 5W/40 als auch für nicht-synthetisches (konventionelles) Motoröl SAE 30, das als Mineralöl

gekennzeichnet ist, demonstriert. Es ist keine Probenvorbereitung erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Bestimmungen werden mit einem OMNIS Professional Titrator, der mit einer dSolvotrode ausgestattet ist, auf einem OMNIS Sample Robot S durchgeführt (**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 Titrationsgefäß eingewogen und das Lösungsmittel zugegeben. Anschließend wird die Lösung bis nach dem ersten Endpunkt mit standardisierter alkoholischer Kalilauge für die Gesamtsäurezahl bzw. mit standardisierter Perchlorsäure in Essigsäure für die Gesamtbasenzahl titriert. Eine beispielhafte Titrationskurve von TBN mit HClO_4 ist in **Abbildung 2** dargestellt.



Abbildung 1. OMNIS Sample Robot S, ausgestattet mit einem OMNIS Titrator, einem OMNIS Dosiermodul und einer dSolvotrode für die automatisierte Bestimmung von TAN und TBN in Motorölproben.

ERGEBNISSE

Diese Methode liefert sehr genaue Ergebnisse für die TAN- und TBN-Ölanalyse, wie in den **Tabellen 1** und **2**

dargestellt.

Tabelle 1. Ergebnisse für die TAN-Ölanalyse nach ASTM D664.

Motoröl (n = 6)	Mittelwert in mg KOH/g Probe	SD(rel) in %
SAE 5W/40	3,80	1,6
SAE 30	1,16	1,2

Tabelle 1. Ergebnisse für die TAN-Ölanalyse nach ASTM D664.

Motoröl (n = 6)	Mittelwert in mg KOH/g Probe	SD(rel) in %
SAE 5W/40	3,80	1,6
SAE 30	1,16	1,2

Tabelle 2. Ergebnisse für die TBN-Bestimmung nach ASTM D2896.

Motoröl (n = 6)	Mittelwert in mg KOH/g Probe	SD(rel) in %
SAE 5W/40	9,05	0,4
SAE 30	1,01	1,6

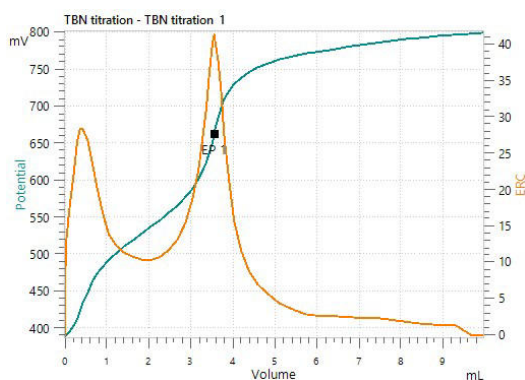


Abbildung 2. Titrationskurve der TBN-Bestimmung von SAE 5W/40.

FAZIT

Die Titration ist eine sehr schnelle und genaue Methode zur Bestimmung der Gesamtsäurezahl und der Gesamtbasenzahl von Motoröl (sowohl synthetischem als auch konventionellem). Der mit einer dSolvotrode ausgestattete OMNIS-Titrator liefert zuverlässige Bestimmungen. Dieses automatisierte System gewährleistet flexible Analysen in

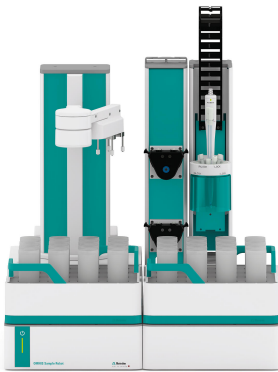
Kombination mit einer High-End-Software. OMNIS verbessert nicht nur die Präzision und Geschwindigkeit der Bestimmungen, sondern liefert auch Ergebnisse, die denen anderer etablierter Titrationssysteme gleichkommen oder sie sogar übertreffen.

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

GERÄTEKONFIGURATION



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S mit einem Pumpenmodul "Peristaltik" (2-Kanal) und einem Pick&Place-Modul sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die voll automatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden.

Auf Wunsch kann das System mit noch zwei Peristaltikpumpen sowie einem weiteren Pick&Place-Modul ausgebaut werden und somit den Durchsatz verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann bereits dieser Sample Robot bis zu einem OMNIS Sample Robot der Grösse L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Pick&Place-Modulen parallel bearbeitet werden können und den Probendurchsatz vervierfachen.



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 5-fach paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



dSolvotrode

Digitale, kombinierte pH-Elektrode für OMNIS für alle nichtwässrigen Säure/Base-Titrationsen. Die Glasmembran ist für schlecht leitende Lösungen optimiert, und dank des flexiblen Schliffdiaphragmas eignet sich diese Elektrode auch für schmutzige Proben.

Die Elektrode kann mit nichtwässrigen Referenzelektrolyten (Lithiumchlorid oder Tetraethylammoniumbromid) verwendet werden.

Aufbewahrung im entsprechenden Referenzelektrolyt.

dTrodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.