



Application Note AN-T-097

Basenzahl in Erdölprodukten mit potentiometrischer Titration

Potentiometrische Bestimmung nach ISO 3771, ASTM D2896 und IP 276

Um Korrosion zu verhindern, werden Erdölprodukten basische Chemikalien zugesetzt, welche saure Bestandteile neutralisieren, die sich während der Verwendung und Alterung dieser Produkte bilden. Die Basenzahl oder BN(Base Number) gibt einen Hinweis auf die Menge dieser basischen Zusätze und kann als Maß für den Abbau des Erdölprodukts verwendet werden.

Die Verwendung einer für nichtwässrige Titrations geeigneten pH-Elektrode gewährleistet die zuverlässige Bestimmung des Äquivalenzpunktes. Ein

flexibles Schliffdiaphragma erleichtert die Reinigung der Elektrode, insbesondere nach dem Einsatz in stark verunreinigten Proben, wie z. B. gebrauchten Motorölen. Die Verwendung der richtigen Elektrode erhöht die Präzision und Zuverlässigkeit der Ergebnisse erheblich.

Diese Application Note beschreibt die potentiometrische Bestimmung der Basenzahl nach ISO 3771, ASTM D2896 und IP 276 mit der Metrohm-Solvotrode easyClean und einem vollautomatischen OMNIS-System.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird an Schmieröl und frischem Motoröl demonstriert. Es sollte darauf geachtet werden, eine repräsentative, gut homogenisierte

Probenmenge zu verwenden. Ansonsten ist keine Probenvorbereitung erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analyse wird mit einem automatisierten System durchgeführt, das aus einem OMNIS Sample Robot S und einem OMNIS Advanced Titrator mit einer Solvotrode easyClean besteht.

Vor der Messung der Proben wird eine Blindwertbestimmung mit der gleichen Menge an Lösungsmittel wie bei der Probentitration durchgeführt.

Die Probe wird in einem Lösungsmittelgemisch aus Toluol, Eisessig und Aceton aufgelöst. Um die Grundbestandteile möglichst effizient freizusetzen, werden diese drei Lösungsmittel nacheinander zugegeben, wobei zwischen den Zugaben eine Wartezeit liegt. Anschließend wird die Lösung mit standardisierter Perchlorsäure in Eisessig bis nach Erreichen des Äquivalenzpunktes titriert.

Nach jeder Probenbestimmung muss die Elektrode mit dem Lösungsmittelgemisch, dann mit Isopropylalkohol (IPA) und anschließend mit Wasser gespült werden. Zur Rehydrierung der Glasmembran der Elektrode wird die Glasmembran in deionisiertes Wasser getaucht.

ERGEBNISSE

Für die getesteten Proben ergeben sich gut definierte Titrationskurven mit akzeptablen Ergebnissen und geringen Standardabweichungen. Die Ergebnisse sind

in **Tabelle 1** zusammengefasst. Ein Beispiel für eine Titrationskurve ist in **Abbildung 2** dargestellt.

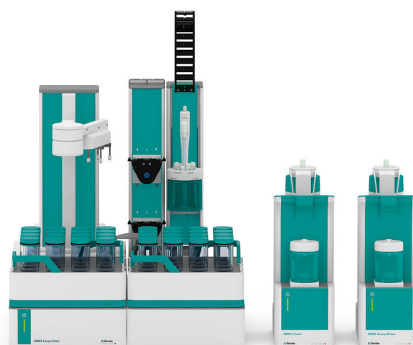


Abbildung 1. OMNIS Sample Robot und OMNIS Titrator Advanced ausgestattet mit einer Solvotrode easyClean für die Bestimmung der Basenzahl von Schmier- und Motoröl.

Tabelle 1. Ergebnisse für die Basenzahlbestimmung nach ASTM D2896 auf einem vollautomatischen OMNIS-System.

BN in mg KOH/g Probe	Schmieröl (n = 3)	Motoröl (n = 26)
Mittelwert	0.397	7.2325
SD(abs)	0.0001	0.0727
SD(rel)	0.03	1.01

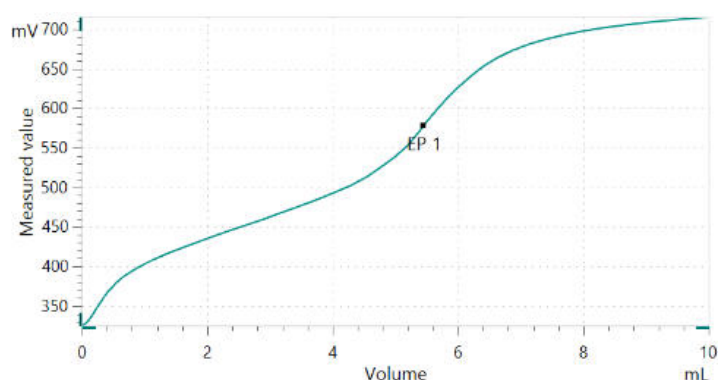


Abbildung 2. Beispiel einer Titrationskurve für die Bestimmung der Basenzahl in frischem Motoröl.

FAZIT

Die vollautomatische Bestimmung der Basenzahl von Mineralölprodukten nach **ASTM D2896**, **ISO 3771** und **IP 276** kann mit einem OMNIS-System von Metrohm durchgeführt werden. Der Einsatz eines OMNIS Sample Robot ermöglicht die vollautomatische Titration von bis zu vier Proben gleichzeitig und

erhöht so den Probendurchsatz. Die OMNIS-Plattform bietet Ihnen die Möglichkeit, Ihr System Ihren Bedürfnissen entsprechend anzupassen und es für weitere benötigte Titrationsanwendungen zu erweitern.

Interne Referenz: AW TI CH1-1238-122016

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



OMNIS Advanced 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. Bei Bedarf kann der OMNIS Advanced Titrator über eine entsprechende Software-Funktionslizenz für parallele Titration aufgerüstet werden.

- 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“



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.



Messmodul digital

Digitaler Messkanal für einen OMNIS Titrator oder Titration Module für den Anschluss von digitalen Elektroden "dTrodes".



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.