



Application Note AN-T-242

Säuregehalt in Flugturbinenkraftstoff gemäß ASTM D3242

Automatische photometrische Titration mit der Optrode

Flugturbinenkraftstoffe können Säuren enthalten, die entweder aus natürlich vorkommenden organischen Verbindungen stammen oder durch eine Säurebehandlung während des Raffinationsprozesses eingebracht werden. Diese Säuren sind selbst in Spuren schädlich, da sie Metallkomponenten in Kraftstoffsystemen korrodieren und die Fähigkeit des Kraftstoffs, sich effektiv von Wasser zu trennen, negativ beeinflussen können.

Die Standardmethode ASTM D3242 bestimmt den Säuregehalt von Flugturbinenkraftstoff durch Titration unter Verwendung von p-Naphtholbenzein als Farbindikator. Die Probe wird vor der Analyse drei Minuten lang mit Stickstoffgas durchspült. Die

Spülung wird während der Titration aufrechterhalten. Die Präzision kann für unerfahrene Anwender eine Herausforderung darstellen, da nur eine geringe Menge an Titriermittel benötigt wird und sich die Farbe in der Nähe des Endpunkts der Titration nur allmählich ändert.

In dieser Studie wird gezeigt, wie die ASTM D3242 mit Hilfe eines Titrators und der Optrode vollständig automatisiert werden kann. Der Titrator steuert eine Entgasungsbox, um den Gasfluss zu erleichtern, und schließt dann das Ventil am Ende jeder Titration. Die erzielten Ergebnisse entsprechen statistisch gesehen den in der ASTM-Norm festgelegten Präzisionskriterien.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

- Einwaage von $100 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ Flugkraftstoff (auf min. 0,5g genau) in ein 400 mL hohes Becherglas.
- Zugabe von 100 mL des Lösungsmittel gemäß ASTM D3242 und 0,1 mL p-Naphtholbenzein-Indikatorlösung.
- Spülen der Probe mit trockenem, kohlendioxidfreiem Stickstoffgas (N_2) bei einer Rate von 400 bis 450 mL/min unter kontinuierlichem Rühren für $3 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$, um eventuell vorhandenes Kohlendioxid zu entfernen.

DURCHFÜHRUNG

- Titration starten unter Verwendung des *MET-U*-Titrationsmodus (monotone Endpunkttitration).
- Das Spülen der Probe mit N_2 wird bis zum Ende der Analyse fortgesetzt.

Der Titrator fügt der Probe alkoholische KOH als Titrationsmittel (hergestellt gemäß ASTM D3242) in festen Volumenschritten hinzu – wobei nach jeder Zugabe gewartet wird, bis sich die Sensoranzeige stabilisiert hat, bevor das nächste Volumen hinzugefügt wird. Der Äquivalenzpunkt wird durch die erste Ableitung der Titrationskurve angezeigt (siehe **Abbildung 1**).

- Am Ende der Titration wird das Ergebnis angezeigt und der Gasfluss gestoppt.

Tabelle 1. Ergebnisse der Bestimmung des Säuregehalts in Flugzeugtreibstoffproben gemäß ASTM D3242.

Nr. (n = 5)	Mittelwert in mg KOH/g	s(abs) in mg KOH/g	s(rel) in %
1	0.0219	0.0001	0.6
2	0.0478	0.0003	0.6
3	0.0839	0.0005	0.6

ERGEBNISSE

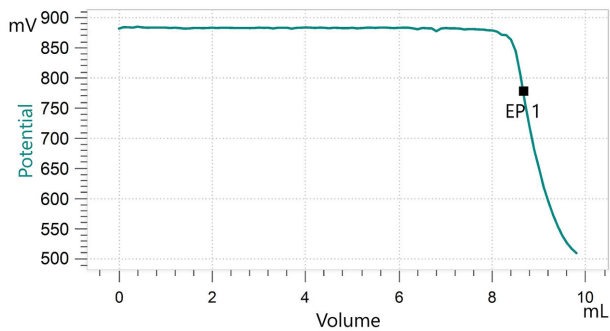


Abbildung 1. Beispielhafte Titrationskurve des Säuregehalts in Düsentreibstoff gemäß ASTM D3242 unter Verwendung der Optrode bei 610 nm für eine eindeutige Endpunktbestimmung.

FAZIT

Es war möglich, die Bestimmung des Säuregehalts in Flugkraftstoff durch automatische Titration vollständig zu automatisieren, einschließlich eines Probenentgasungssystems, das die Probe vor und

während der Analyse mit Stickstoff spült. Die Ergebnisse erfüllen die Genauigkeitsspezifikationen der ASTM D3242.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator mit Magnetrührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems 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 Stabrührer 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
- Anschlussmöglichkeit für einen 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.

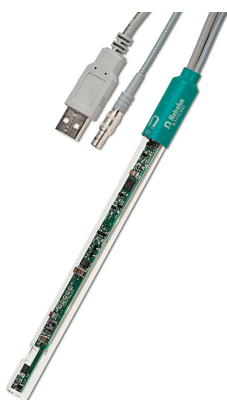


Zylindereinheit OMNIS spezial 20 mL

Intelligente Zylindereinheit 20 mL für einen OMNIS Titrator, Titration Module oder Dosing Module. Diese Zylindereinheit wird speziell für die folgenden Lösungen empfohlen:

- Wässrige alkalische Lösungen
- Titrant 5
- Silbernitrat Lösungen
- Nichtwässrige alkalische Lösungen
- Permanganat Lösungen
- EDTA Lösungen

Inklusive Dosierschläuchen und Antidiffusionsbürettenspitze.



Optrode

Optischer Sensor für photometrische Titrationsen mit 8 verfügbaren Wellenlängen. Die Umschaltung der Wellenlänge kann softwaregesteuert (ab tiemo 2.5) oder mit einem Magnet erfolgen. Der Glasschaft ist komplett lösungsmittelresistent und einfach zu reinigen. Der platzsparende Sensor ist z.B. geeignet für:

- nichtwässrige Titrationsen nach USP oder EP
- Bestimmungen von Carboxylendgruppen
- TAN/TBN nach ASTM D974
- Sulfatbestimmung
- Fe, Al, Ca in Zement
- Wasserhärte
- Chondroitinsulfat nach USP

Der Sensor ist nicht geeignet für Bestimmungen von Konzentrationen durch die Messung der Farbintensität (Kolorimetrie).

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS Stand-Alone Lizenz

Ermöglicht den Stand-Alone Betrieb der OMNIS Software auf einem WindowsTM Computer.

Merkmale:

- Die Lizenz enthält bereits eine OMNIS Geräte Lizenz.
- Muss über das Metrohm Lizenzierungsportal aktiviert werden.