МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33907— 2016

ТОПЛИВО АВИАЦИОННОЕ ТУРБИННОЕ

Определение кислотности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 ноября 2016 г. № 93-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2017 г. № 240-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33907—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 3242—2011 «Стандартный метод определения кислотности авиационного турбинного топлива» («Standard test method for acidity in aviation turbine fuel», IDT).

Стандарт разработан Подкомитетом ASTM D02.06 «Анализ смазочных материалов» Технического комитета ASTM D02 «Нефтепродукты, жидкие топлива и смазочные материалы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов ASTM соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 Назначение и применение . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Реактивы и материалы . . . 2
8 Проведение испытаний . . . 3
9 Контроль качества . . . 4
10 Вычисления . . . 5
11 Протокол испытаний . . . 5
12 Прецизионность и смещение . . . 5
Приложение А1 (обязательное) Технические характеристики *n*-нафтолбензеина . . . 6
Приложение А2 (обязательное) Определения диапазона pHr индикатора *n*-нафтолбензеина . . . 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам . . . 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО АВИАЦИОННОЕ ТУРБИННОЕ

Определение кислотности

Aviation turbine fuel. Determination of acidity

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение кислотности авиационного турбинного топлива в диапазоне от 0,000 до 0,100 мг KOH/г.

1.2 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. В настоящем стандарте другие единицы измерения не используют.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране труда, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

Стандарты ASTM[1)]:

ASTM D 664, Test method for acid number of petroleum products by potentiometric titration (Метод определения кислотного числа нефтепродуктов потенциометрическим титрованием)

ASTM D 1193, Specification for reagent water (Спецификация на реактив воду)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **кислотное число** (acid number): Количество основания, выраженное в миллиграммах гидроксида калия на грамм пробы, необходимое для титрования пробы в заданном растворителе до конечной точки с использованием установленной системы детектирования.

3.1.1.1 **Пояснение** — В настоящем стандарте растворителем является смесь толуола, воды и изопропилового спирта. Конечную точку титрования определяют по зелено/зелено-коричневому окрашиванию, получаемому при использовании установленного раствора индикатора *п*-нафтолбензеина.

4 Сущность метода

Пробу растворяют в смеси толуола и изопропилового спирта, содержащей небольшое количество воды. Пропускают поток азота через полученный однофазный раствор и титруют стандартным спиртовым раствором гидроксида калия в присутствии раствора индикатора *п*-нафтолбензеина до конечной точки, определяемой по изменению цвета (оранжевый — в кислой среде и зеленый — в щелочной).

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru формационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

5 Назначение и применение

5.1 Авиационные турбинные топлива могут содержать незначительное количество кислоты вследствие кислотной обработки в процессе очистки или присутствия органических кислот естественного происхождения. Значительное загрязнение кислотой маловероятно благодаря многократным контрольным проверкам, выполняемым на разных этапах очистки. Однако следовые количества кислоты могут присутствовать и являются нежелательными, так как результатом этого может быть коррозионное воздействие топлива на металлы или ухудшение характеристик отделения воды от авиационного турбинного топлива.

5.2 Настоящий метод можно использовать для определения кислотного числа авиационных турбинных топлив, но он не предназначен для определения значительного загрязнения кислотой(ами).

6 Аппаратура

6.1 Бюретка

Бюретка вместимостью 25 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$ или бюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$.

Примечание 1 — Можно использовать автоматическую бюретку, обеспечивающую дозирование не более 0,05 $см^3$ титранта, однако прецизионность была установлена с использованием только ручных бюреток.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов

Для всех испытаний используют реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, все реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комиссии по аналитическим реактивам Американского химического общества[2], если они доступны. Можно использовать реактивы другой квалификации, если заранее установлено, что чистота реактива достаточно высока и его использование не уменьшает точности определения.

Примечание 2 — Вместо реактивов, приготовленных в лаборатории можно использовать имеющиеся в продаже реактивы при условии, что они сертифицированы в соответствии с 7.1.

7.2 Чистота воды

Используют дистиллированную воду типа III по ASTM D 1193.

7.3 Раствор индикатора *п*-нафтолбензеина[3], [4]

п-Нафтолбензеин должен соответствовать требованиям, приведенным в приложении А1. Готовят раствор, содержащий (10,00 ± 0,01) г/$дм^3$ *п*-нафтолбензеина в растворителе для титрования.

7.4 Сухой азот, не содержащий диоксида углерода (**Предупреждение** — Сжатый газ под высоким давлением. Снижает содержание кислорода, необходимого для нормального дыхания).

7.5 Раствор гидроксида калия

Стандартный спиртовой раствор гидроксида калия (0,01 н.). Добавляют 0,6 г твердого КОН (**Предупреждение** — Вызывает сильные химические ожоги при воздействии на кожные покровы и слизистые

[2] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, см.: Annual Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также The United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD (Фармакопея США и Национальный фармакологический справочник).

[3] В исследовании 2006 г. было установлено, что требованиям приложения А1 соответствует только *п*-нафтолбензеин Kodak, Baker (Mallinkrodt), Fluka and Aldrich, однако бренд Kodak больше недоступен.

[4] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters путем запроса отчета Research Report RR:D02-1626.

оболочки как в твердом состоянии, так и виде раствора) в колбу Эрленмейера вместимостью 2 дм^3, содержащую примерно 1 дм^3 безводного изопропилового спирта с содержанием воды не более 0,9 %. (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся. Пары опасны для здоровья. Следует хранить вдали от источников тепла, искр и открытого пламени). Кипятят смесь 10—15 мин при перемешивании для предотвращения образования твердых частиц осадка на дне. Добавляют не менее 0,2 г гидроксида бария [$Ba(OH)_2$] (**Предупреждение** — Ядовит при проглатывании. Высокощелочной, вызывает сильное раздражение кожных покровов, приводящее к дерматиту) и снова кипятят 5—10 мин. Охлаждают до температуры окружающей среды. Выдерживают несколько часов и фильтруют отстоявшуюся жидкость через воронку, оснащенную пористым фильтрующим диском из спеченного стекла или фарфора. При фильтровании принимают меры для предотвращения излишнего воздействия диоксида углерода (CO_2). Хранят раствор в бутылке из химически стойкого стекла, избегая контакта раствора с корковой или резиновой пробкой или омыляемой смазкой запорного крана. Защищают раствор предохранительной трубкой с натронной известью.

Примечание 3 — Из-за относительно большого коэффициента объемного расширения органических жидкостей, например изопропилового спирта, стандартные спиртовые растворы следует стандартизировать при значении температуры, близком к температуре титрования проб.

7.5.1 Стандартизация раствора гидроксида калия

Раствор периодически стандартизируют для обнаружения изменений концентрации 0,0002 н. Можно использовать следующую процедуру. Взвешивают с точностью до 0,1 мг примерно 0,02 г кислого фталата калия, высушенного в течение 1 ч при (110 ± 1) °С, и растворяют его в (40 ± 1) см^3 воды, не содержащей CO_2. Титруют спиртовым раствором гидроксида калия до конечной точки одним из способов:

1) электрометрическим титрованием — до четко выраженной точки перегиба при напряжении, соответствующем напряжению базового буферного раствора;

2) колориметрическим титрованием — до появления устойчивого розового окрашивания при добавлении шести капель индикаторного раствора фенолфталеина. Выполняют холостое титрование воды, используемой для растворения кислого фталата калия. Вычисляют нормальность по формуле

$$\text{Нормальность} = \frac{W_p}{204{,}23} \cdot \frac{1000}{V - V_b}, \quad (1)$$

где W_p — масса кислого фталата калия, г;

204,23 — молекулярная масса кислого фталата калия;

V — объем титранта, израсходованный на титрование кислого фталата калия до конечной точки, см^3;

V_b — объем титранта, израсходованный на титрование холостого раствора (воды), см^3.

7.5.2 Раствор индикатора фенолфталеина

Растворяют (0,10 ± 0,01) г чистого твердого фенолфталеина в 50 см^3 воды, не содержащей CO_2, и 50 см^3 этанола.

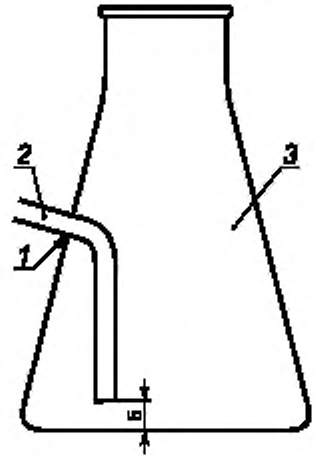
7.6 Растворитель для титрования

Готовят смесь из 500 см^3 толуола (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся. Пары опасны для здоровья. Следует хранить вдали от источников тепла, искр и открытого пламени), 5 см^3 воды и 495 см^3 безводного изопропилового спирта.

8 Проведение испытаний

8.1 Помещают (100 ± 5) г пробы, взвешенной с точностью до 0,5 г, в широкогорлую колбу Эрленмейера вместимостью 500 мл (пример подходящей модифицированной колбы приведен на рисунке 1). Добавляют 100 см^3 растворителя для титрования и 0,1 см^3 индикаторного раствора. Подают азот со скоростью 600—800 см^3/мин через стеклянную трубку наружным диаметром 6—8 мм, торец которой должен располагаться на расстоянии 5 мм от дна колбы. Барботируют раствор азотом в течение 3 мин ± 30 с при периодическом перемешивании.

8.1.1 Пары, образующиеся при этой процедуре, содержат толуол, и их следует отводить с использованием вытяжной вентиляции.



1 — вплавлено в стенку колбы; *2* — трубка наружным диаметром 6— 8 мм; *3* — широкогорлая колба Эрленмейера

Рисунок 1 — Колба для титрования

8.2 Продолжают подачу азота и титруют при температуре не выше 30 °С. Добавляют 0,01 н. раствор КОН небольшими порциями и перемешивают путем вращения. Когда впервые появляется зеленое окрашивание раствора, уменьшают объем порции до капель (ручная бюретка) или до объема 0,01—0,05 $см^3$ (автоматическая бюретка). Продолжают титрование до достижения конечной точки, когда зеленое окрашивание раствора будет сохраняться не менее 15 с после добавления последней порции раствора КОН.

Примечание 4 — Температуру можно измерить любым устройством измерения температуры.

8.3 Холостое титрование

Выполняют холостое титрование 100 $см^3$ растворителя для титрования с 0,1 $см^3$ индикаторного раствора, подавая азот и титруя до конечной точки, как указано выше.

9 Контроль качества

9.1 Ежедневно подтверждают характеристики используемого оборудования или метода путем анализа образца контроля качества (QC). Для обеспечения качества результатов испытания рекомендуется дополнительно анализировать образцы QC, например после испытаний партии образцов или фиксированного количества образцов. Анализ результата(ов) испытаний образцов QC можно выполнить с использованием метода контрольных карт[5)]. Если результат испытания образца QC указывает на неконтролируемую ситуацию в лаборатории, например на превышение лабораторных контрольных пределов, то может потребоваться повторная калибровка прибора. В течение предполагаемого периода использования необходимо иметь достаточное количество материала образца контроля качества, однородного и стабильного в предполагаемых условиях хранения. По возможности образец QC должен быть представительным образцом группы обычно анализируемых проб, и перед контролем процедуры измерения следует определить среднеарифметическое значение и контрольные пределы образца QC. Для обеспечения качества данных прецизионность результатов испытаний образца QC должна соответствовать прецизионности настоящего метода.

Примечание 5 — Поскольку кислотное число может изменяться при хранении образца QC, то при возникновении неконтролируемой ситуации в лаборатории причиной погрешности может быть нестабильность образца QC.

5) MNL 7, Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis (Руководство по представлению результатов анализа на контрольных картах), Section 3: Control Charts for Individuals, 6th ed., ASTM International, W. Conshohocken, 1990.

10 Вычисления

Вычисляют кислотное число (мг KOH/г) по формуле

$$\text{Кислотное число} = [(A - B)\, N \cdot 56{,}1]/W, \quad (2)$$

где A — объем раствора KOH, израсходованный на титрование пробы (8.2), см^3;
B — объем раствора KOH, израсходованный на холостое титрование растворителя (8.3), см^3;
N — нормальность раствора KOH;
W — масса пробы, г.

11 Протокол испытаний

Записывают результат с точностью до 0,001 мг KOH/г как кислотное число.

12 Прецизионность и смещение

12.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода была установлена по результатам статистической обработки межлабораторных исследований.

12.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати (см. таблицу 1).

Таблица 1 — Прецизионность

В мг KOH/г пробы

Среднеарифметическое значение кислотного числа	Повторяемость	Воспроизводимость
0,001	0,0004	0,0013
0,002	0,0006	0,0018
0,005	0,0009	0,0029
0,010	0,0013	0,0041
0,020	0,0019	0,0057
0,050	0,0030	0,0091
0,100	0,0042	0,0128

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати (см. таблицу 1).

Примечание 6 — Прецизионность была получена при использовании только ручных бюреток. Следует учитывать, что прецизионность метода с использованием автоматических бюреток для титрования не установлена, поскольку межлабораторных исследований для статистической оценки результатов с одновременным использованием ручных и автоматических бюреток не проводилось.

Значения прецизионности были получены следующим образом:

$$\text{Повторяемость} = 0{,}0132\sqrt{a};$$
$$\text{Воспроизводимость} = 0{,}0406\sqrt{a},$$

где a — среднеарифметическое значение кислотного числа.

12.2 Смещение

Процедура испытаний по настоящему методу не имеет смещения, поскольку значение кислотности можно определить только в терминах настоящего метода.

Приложение А1
(обязательное)

Технические характеристики *n*-нафтолбензеина

А1.1 Характеристики

А1.1.1 Внешний вид — аморфный порошок красного цвета.

А1.1.2 Содержание хлоридов — не более 0,5 %.

А1.1.3 Растворимость — в 1 $дм^3$ растворителя для титрования должны полностью раствориться 10 г *n*-нафтолбензеина.

А1.1.4 Минимальная оптическая плотность

Точно 0,1000 г пробы растворяют в 250 $см^3$ метанола (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся). 5 $см^3$ полученного раствора доводят до 100 $см^3$ буферным раствором с pH 12. Оптическая плотность этого раствора должна быть не менее 1,20 при снятии показаний для пика при длине волны 650 нм при использовании спектрофотометра Beckman DU или спектрофотометра аналогичного типа с кюветами с длиной оптического пути 1 см и водой в качестве холостого раствора.

А1.1.5 Диапазон pH

А1.1.5.1 Раствор индикатора *n*-нафтолбензеина окрашивается в прозрачный зеленый цвет при относительном значении pH (11,0 ± 0,5) при проведении испытаний по методу определения диапазона pHr, изложенному в приложении А2.

А1.1.5.2 Для окрашивания раствора индикатора в зеленый цвет необходимо не более чем на 0,5 $см^3$ 0,01 н. раствора KOH больше, чем при холостом титровании.

А1.1.5.3 Для окрашивания раствора индикатора в голубой цвет необходимо не более чем на 1,0 $см^3$ 0,01 н. раствора KOH больше, чем при холостом титровании.

А1.1.5.4 Первоначальное значение pHr раствора индикатора должно быть не менее значения pHr при холостом титровании.

А1.1.5.5 Буферный раствор готовят смешиванием 50 $см^3$ 0,05 М двухосновного фосфата натрия с 26,9 $см^3$ 0,1 М раствора гидроксида натрия.

Приложение А2
(обязательное)

Определения диапазона pHr индикатора *n*-нафтолбензеина

А2.1 Область применения

А2.1.1 Настоящая методика предназначена для определения изменения цвета индикатора *n*-нафтолбензеина в диапазоне pHr с целью установления возможности его применения для настоящего стандарта.

А2.2 Термины и определения

А2.2.1 Определения терминов, специфических для настоящего стандарта.

А2.2.2 Аббревиатура pHr — произвольно выбранное обозначение показателя, выражающего относительную активность ионов водорода в среде толуола и изопропилового спирта, аналогичного показателю pH, который характеризует фактическую активность ионов водорода в водных растворах.

Шкалу кислотности pHr определяют по двум стандартным буферным растворам, которым присвоены значения pHr 4 и pHr 11. Точное соотношение между pHr и истинным значением pH раствора толуола и изопропилового спирта неизвестно и не может быть определено достоверно.

А2.3 Сущность методики

А2.3.1 Установленное количество индикатора титруют электрометрически спиртовым раствором гидроксида калия, при этом окрашивание раствора изменяется несколько раз, и строят график зависимости результатов показаний измерительного прибора от значения pHr.

А2.4 Аппаратура

А2.4.1 Измерительный прибор, стеклянный электрод и электрод сравнения или комбинированный электрод, мешалка, химический стакан и штатив, как указано в ASTM D 664 — IP 177.

А2.5 Реактивы

А2.5.1 Чистота реактивов

Используют реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, это означает, что все реактивы соответствуют требованиям, приведенным в спецификациях Комиссии по аналитическим реактивам Американского химического общества (см. сноску 2) или в аналогичных национальных стандартах. Можно использовать реактивы другой квалификации, если заранее установлено, что реактив имеет достаточно высокую чистоту и его использование не уменьшает точности определения.

А2.5.2 Чистота воды

Используют дистиллированную воду.

А2.5.3 Кислый буферный раствор, pHr = 4,0

А2.5.3.1 2,4,6-Триметилпиридин (γ-коллидин) — $(CH_3)_3C_5H_2N$, молекулярная масса — 121,18 [**Предупреждение** — 2,4,6-триметилпиридин (γ-коллидин) является опасным для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза. Используют защитные очки, неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Все процедуры выполняют только в вытяжном шкафу или используют проверенный респиратор для работы с органическими парами или респиратор с подачей воздуха. **Не следует принимать внутрь!**].

2,4,6-Триметилпиридин должен соответствовать следующим требованиям:

- пределы кипения: от 168 °С до 170 °С;
- показатель преломления n_d^{20}: 1,4982 ± 0,0005;
- цвет: бесцветный.

А2.5.3.2 Хранят реактив над активированным оксидом алюминия в бутылке из коричневого стекла.

А2.5.3.3 Исходный буферный раствор А (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся) [**Предупреждение** — 2,4,6-триметилпиридин (γ-коллидин) является опасным для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза] (**Предупреждение —** Используют защитные очки, неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Все процедуры выполняют только в вытяжном шкафу или используют проверенный респиратор для работы с органическими парами или респиратор с подачей воздуха. **Не следует принимать внутрь!**). Взвешивают точно (24,2 ± 0,1) г 2,4,6-триметилпиридина (γ-коллидина) и переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, содержащую 100 $см^3$ 2-пропанола. Используя градуированный цилиндр вместимостью 1 $дм^3$, добавляют в колбу при постоянном перемешивании (150/С ± 5) $см^3$ спиртового раствора HCl концентрацией 0,2 моль/$дм^3$ (С — точная молярная концентрация раствора HCl, определенная при стандартизации). Разбавляют 2-пропанолом до отметки 1000 $см^3$ и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора — не более 2 недель.

А2.5.3.4 Неводный кислый буферный раствор

Добавляют 10 $см^3$ исходного буферного раствора А к 100 $см^3$ растворителя для титрования. Следует использовать в течение 1 ч.

А2.5.4 Щелочной буферный раствор, pHr = 11,0

А2.5.4.1 *м*-Нитрофенол ($NO_2C_6H_4OH$), молекулярная масса — 139,11 (**Предупреждение** — *м*-Нитрофенол может быть опасным для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза. Используют защитные очки, неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Все процедуры выполняют только в вытяжном шкафу или используют проверенный респиратор для работы с органическими парами или респиратор с подачей воздуха. **Не следует принимать внутрь!**).

м-Нитрофенол должен соответствовать следующим требованиям:

- температура плавления: от 96 °С до 97 °С;
- цвет: бледно-желтый.

А2.5.4.2 Хранят реактив в бутылке из коричневого стекла.

А2.5.4.3 Исходный буферный раствор В (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся) (**Предупреждение** — *м*-Нитрофенол может быть опасным для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза. Используют защитные очки, неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Все процедуры выполняют только в вытяжном шкафу или используют проверенный респиратор для работы с органическими парами или респиратор с подачей воздуха. **Не следует принимать внутрь!**). Взвешивают точно (27,8 ± 0,1) г *м*-нитрофенола и переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, содержащую 100 $см^3$ 2-пропанола. Используя градуированный цилиндр вместимостью 250 $см^3$, добавляют в колбу при непрерывном перемешивании (50/C_2 ± 1) $см^3$ спиртового раствора КОН концентрацией 0,2 моль/$дм^3$ (C_2 — точная молярная концентрация раствора HCl, определенная при стандартизации). Доводят до метки 2-пропанолом и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора — не более 2 недель.

А2.5.4.4 Неводный щелочной буферный раствор

Добавляют 10 $см^3$ исходного буферного раствора В к 100 $см^3$ растворителя для титрования. Раствор следует использовать в течение 1 ч.

А2.5.5 Стандартный спиртовой раствор соляной кислоты 0,2 н.

Готовят и стандартизуют раствор в соответствии с ASTM D 664 — IP 177.

А2.5.6 Раствор индикатора *п*-нафтолбензеина

Раствор индикатора готовят по 7.3.

А2.5.7 Раствор электролита хлорида калия

Готовят насыщенный раствор хлорида калия (KCl) в воде.

А2.5.8 Стандартный спиртовой раствор гидроксида калия 0,2 н.

(**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся) (**Предупреждение** — Вызывает сильные ожоги). Добавляют от 12 до 13 г гидроксида калия (КОН) к примерно 1 $дм^3$ безводного 2-пропанола. Кипятят в течение 10 мин для эффективного растворения. Выдерживают раствор два дня, затем фильтруют отстоявшуюся жидкость через мелкозернистый фильтр из спеченного стекла. Хранят раствор в химически стойкой бутылке. Переносят раствор таким образом, чтобы он был защищен от воздействия атмосферного диоксида углерода (CO_2) с помощью защитной трубки, содержащей натронную известь или неволокнистый абсорбент на основе силиката натрия, избегая контакта с корковой или резиновой пробками или омыляемой смазкой запорного крана. Периодически стандартизируют раствор потенциометрическим титрованием взвешенных количеств кислого фталата калия, растворенного в воде, не содержащей CO_2, для обнаружения изменений концентрации 0,0005 н.

А2.5.9 Растворитель для титрования

Добавляют 500 $см^3$ толуола и 5 $см^3$ воды к 495 $см^3$ безводного изопропилового спирта. Растворитель для титрования готовят в больших количествах.

А2.6 Подготовка системы электродов

А2.6.1 Руководство по уходу и обслуживанию электродов

Периодически очищают стеклянный электрод (см. примечание А2.1) (при постоянном использовании — не менее одного раза в неделю) погружением в холодный очищающий раствор, не содержащий хрома, или в другие растворы для очистки оборудования (**Предупреждение** — Сильный окислитель. Вызывает сильные ожоги. При контакте с материалами может привести к пожару. Гигроскопичен). Удаляют электролит из электрода не менее одного раза в неделю и заправляют свежим электролитом KCl до заливного отверстия. Следует убедиться в наличии кристаллического KCl. Уровень электролита в электроде сравнения всегда должен быть выше уровня жидкости в стакане или сосуде для титрования. Следует погружать в воду нижние части электродов, когда их не используют. Электроды не следует оставлять погруженными в растворитель для титрования в течение длительного времени между титрованиями. Несмотря на то что электроды не являются очень хрупкими, обращаться с ними следует осторожно.

Примечание А2.1 — Тщательная очистка электродов, обеспечение чистоты стеклянного шлифа и регулярная проверка электродов являются очень важными для получения воспроизводимых значений потенциалов, поскольку загрязнение может приводить к неустойчивым диффузионным потенциалам. Поскольку выбор конечных точек по точкам перегиба на кривой титрования имеет второстепенное значение, выбор конечных точек при произвольно установленных значениях потенциала ячейки может быть достаточно важным.

А2.6.2 Подготовка электродов

Тщательно вытирают электрод до и после использования чистой тканью или мягкой абсорбирующей бумажной салфеткой и промывают водой. Вытирают электрод сравнения тканью или бумажной салфеткой, осторожно снимают стеклянный колпачок и тщательно вытирают шлифованные поверхности. Устанавливают стеклянный колпачок неплотно и смачивают шлифованные поверхности шлифа несколькими каплями электролита (**Предупреждение** — Вызывает сильные ожоги). Тщательно смачивают шлифованные поверхности электролитом. Обеспечивают плотную посадку стеклянного колпачка по месту и промывают электрод водой. Перед каждым титрованием выдерживают подготовленные электроды в воде не менее 5 мин, затем осторожно промокают кончики электродов сухой тканью или бумажной салфеткой для удаления остатков воды.

А2.6.3 Проверка электродов

Проверяют комбинацию измерительный электрод — электрод сравнения при первом использовании или установке новых электродов, далее выполняют повторные проверки с установленной периодичностью путем погружения электродов в тщательно перемешиваемую смесь 100 мл растворителя для титрования и от 1,0 до 1,5 мл спиртового раствора КОН концентрацией 0,1 моль/дм^3.

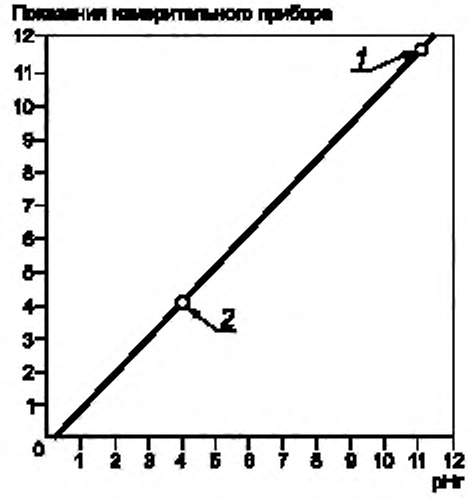
Для используемой комбинации измерительный электрод — электрод сравнения, потенциал между электродами должен быть на 480 мВ больше потенциала между такими же электродами, которые погружены в безводный кислый буферный раствор (см. примечание А2.2).

Примечание А2.2 — В настоящее время выпускают и рекомендуют для использования значительно более чувствительные электроды, которые обеспечивают изменение потенциала не менее 590 мВ при этих условиях. При использовании комбинированных электродов проверку выполняют по 8.3.

А2.7 Стандартизация аппаратуры

А2.7.1 Перед каждым испытанием или серией испытаний устанавливают измерительный прибор для снятия показаний по шкале pH, помещают электроды в химический стакан, содержащий безводный кислый буферный раствор при температуре (25 ± 2) °С, и тщательно перемешивают раствор. После стабилизации показаний pH-метра регулируют шкалу потенциала асимметрии прибора таким образом, чтобы показание измерительного прибора составляло 4,0.

А2.7.2 Удаляют кислый буферный раствор, очищают электроды и погружают их в воду на несколько минут. Осушают электроды и помещают их в химический стакан, содержащий безводный щелочной буферный раствор при температуре (25 ± 2) °С. После стабилизации показания pH-метра записывают точное значение. Если значение отличается от 11,0 не более чем на 0,2 единицы, то значение начальной кислотности pHr неизвестных растворов можно считывать непосредственно со шкалы измерительного прибора. Если значение отличается от 11,0 более чем на 0,2 единицы, то строят график поправок, как показано на рисунке А2.1. Используют этот график для преобразования показаний pH-метра в начальную кислотность pHr.



1 — показание отрегулированного измерительного прибора в безводном щелочном буферном растворе, равное 11,5;
2 — показание отрегулированного измерительного прибора в безводном кислом буферном растворе, равное 4,0

Рисунок А2.1 — Калибровочная кривая для преобразования показаний pH-метра в значения pHr

А2.8 Проведение испытаний

А2.8.1 Титруют 100 $см^3$ растворителя для титрования 0,01 н. раствором КОН до показания pHr измерительного прибора от 13 до 14.

А2.8.2 Добавляют 0,5 $см^3$ индикаторного раствора к новой порции растворителя для титрования и после очистки электродов титруют 0,01 н. раствором КОН до показания pHr измерительного прибора от 13 до 14.

А2.8.3 В процессе титрования строят график зависимости pHr или показания измерительного прибора от объема титранта и отмечают на кривой изменения цвета при соответствующих значениях pHr.

Примечание А2.3 — В качестве руководства следует использовать изменения цвета в приведенной последовательности:

- янтарный в оливково-зеленый,
- оливково-зеленый в чисто зеленый,
- чисто зеленый в голубовато-зеленый,
- голубовато-зеленый в голубой.

А.2.8.4 Строят кривую холостого титрования на том же графике титрования индикаторного раствора.

А2.9 Вычисления

А2.9.1 Вычитают объем титранта, используемого в холостом титровании, из объема, используемого для титрования индикаторного раствора при том же самом значении pHr, соответствующем установленным изменениям цвета в диапазоне от 10 до 12 pHr.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D664	IDT	ГОСТ 32327—2013 «Нефтепродукты. Определение кислотного числа потенциометрическим титрованием»
ASTM D1193	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 544.362+665.733.3:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: авиационное турбинное топливо, определение кислотности

Редактор *Ю.А. Расторгуева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *С.В. Сухарева*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,60.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru