ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52658— 2006

ТОПЛИВО АВИАЦИОННОЕ ТУРБИННОЕ

Метод определения кислотного числа

Издание официальное

БЗ 11—2006/302

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеративным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2006 г. № 425-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 3242—05 «Метод определения кислотности в авиационном турбинном топливе» (ASTM D 3242—05 «Standard test method for acidity in aviation turbine fuel»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении В

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2007

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 Значение и использование 2
6 Аппаратура 2
7 Реактивы и материалы 2
8 Проведение испытания 3
9 Контроль качества результатов испытаний 4
10 Расчет результатов 5
11 Обработка результатов 5
12 Прецизионность и смещение (отклонение) 5
Приложение А1 (обязательное) Технические условия на пара-нафтолбензеин 6
Приложение А2 (обязательное) Метод определения диапазона pHr для индикатора пара-нафтолбензеина 7
Приложение В (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным стандартам 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВО АВИАЦИОННОЕ ТУРБИННОЕ

Метод определения кислотного числа

Aviation turbine fuel.
Method for determination of acid number

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотного числа авиационного турбинного топлива в диапазоне от 0,000 до 0,100 мг КОН/г.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

АСТМ Д 664 Метод определения кислотного числа нефтепродуктов потенциометрическим титрованием

АСТМ Д 1193 Спецификация на реактивную воду

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **кислотное число**: Количество гидроокиси калия, выраженное в миллиграммах на грамм образца (мг КОН/г), израсходованное на титрование до конечной точки титрования испытуемого образца в специальном растворителе.

Примечание — В настоящем методе испытания специальный растворитель представляет собой смесь толуола, воды и изопропилового спирта, а конечная точка титрования — момент, когда появляется зеленая/зелено-коричневая окраска в присутствии раствора индикатора пара-нафтолбензеина.

4 Сущность метода

4.1 Испытуемый образец растворяют в смеси толуола с изопропиловым спиртом, содержащей небольшое количество воды. Образовавшийся при этом однофазный раствор защищают от воздействия двуокиси углерода, присутствующей в окружающем воздухе, струей азота, пропускаемого через него, и титруют спиртовым раствором гидроокиси калия до конечной точки титрования, определяемой по изменению окраски раствора (оранжевая — в кислой среде и зеленая — в щелочной) в присутствии индикатора пара-нафтолбензеина, добавленного перед титрованием.

Издание официальное

5 Значение и использование

5.1 Некоторые кислоты могут присутствовать в авиационных турбинных топливах в связи с кислотной обработкой, используемой в технологическом процессе очистки, или благодаря естественно присутствующим органическим кислотам. Однако сильное кислотное загрязнение маловероятно, так как в технологическом процессе очистки на различных этапах проводят контрольные испытания на кислотное число. Тем не менее, следы кислот могут присутствовать и являются нежелательными примесями из-за связанной с их присутствием возможной коррозии металлов, контактирующих с топливом, или из-за ухудшения характеристик отделения воды из авиационного турбинного топлива.

5.2 Настоящий метод разработан для измерения кислотности авиационного турбинного топлива, но не пригоден для определения сильного кислотного загрязнения.

6 Аппаратура

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

Примечание — Допускается использовать автоматическую бюретку, способную подавать титрант в количестве 0,05 $см^3$ или менее, но при установлении точностных характеристик метода были использованы только ручные бюретки.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях следует использовать реактивы марки «химически чистый» (х.ч.).

При отсутствии других указаний это означает, что все реактивы соответствуют спецификациям Комитета по реактивам для анализа Американского химического общества при наличии таких спецификаций.

Допускается использовать другие марки реактивов при условии, что реактив обладает достаточно высокой чистотой и не снижает точность определения.

Примечание — Допускается использовать имеющиеся в продаже реактивы, если они сертифицированы в соответствии с 7.1, взамен приготовленных в лаборатории.

7.2 Чистота воды

Следует использовать дистиллированную воду типа III по АСТМ Д 1193.

7.3 Раствор индикатора пара - нафтолбензеина

Индикатор пара-нафтолбензеин должен отвечать требованиям технических условий, приведенных в приложении А1. Готовят раствор индикатора пара-нафтолбензеина в растворителе для титрования концентрации (10 ± 0,01) г /$дм^3$ в соответствии с приложением А1.

7.4 Сухой азот, не содержащий двуокись углерода

Предупреждение — Азот под высоким давлением. Азот уменьшает способность кислорода поддерживать дыхание.

7.5 Стандартный спиртовой раствор гидроокиси калия 0,01 н.

Раствор готовят, смешивая 0,6 г твердой гидроокиси калия (КОН) с 1 $дм^3$ безводного изопропилового спирта (содержание воды должно быть менее 0,9 %) в колбе Эрленмейера вместимостью 2 $дм^3$.

Предупреждения

1 Гидроокись калия обладает агрессивностью к любым тканевым материалам как в твердом виде, так и в растворе.

2 Изопропиловый спирт воспламеняем, его пары вредны для здоровья, следует хранить его вдали от источников тепла, искрения и открытого огня.

Полученную смесь осторожно кипятят в течение 10—15 мин, перемешивая, чтобы добиться практически полного растворения гидроокиси калия.

Затем добавляют не менее 0,2 г гидроокиси бария [$Ba(OH)_2$].

Предупреждение — Гидроокись бария ядовита при попадании внутрь. Является сильно щелочным веществом, вызывает сильное раздражение, приводящее к дерматиту.

Снова осторожно кипятят 5—10 мин. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, оставляют на несколько часов и фильтруют отстоявшуюся жидкость через стеклянную или фарфоровую воронку.

Предупреждение — Во время фильтрования необходимо избегать ненужного воздействия двуокиси углерода.

Хранят раствор в химически стойкой колбе, избегая соприкосновения его с пробкой, резиной или смазочным материалом, способным к омылению в запорном кране. Раствор защищают предохранительной трубкой, содержащей натронную известь.

Примечание — Из-за относительно большого коэффициента объемного расширения органических жидкостей, таких как изопропиловый спирт, стандартные спиртовые растворы должны быть стандартизованы при температуре, близкой к той, при которой их используют во время титрования.

7.5.1 Стандартизация раствора гидроокиси калия

Раствор проверяют достаточно часто, чтобы уловить изменения концентрации на уровне 0,0002 н. Один из способов заключается в следующем.

0,02 г кислого фталата калия, предварительно высушенного в течение не менее одного часа при (110 ± 1) °С, взвешенного с точностью 0,1 мг, растворяют в (40 ± 1) см^3 воды, не содержащей CO_2. Титруют спиртовым раствором гидроокиси калия до любой из следующих конечных точек титрования:

a) при электрометрическом способе титрования титруют до хорошо заметной точки перегиба на кривой разности потенциалов, которая соответствует разности потенциалов основного буферного раствора;

b) при колориметрическом способе титрования добавляют 6 капель раствора индикатора фенолфталеина и титруют до появления устойчивой розовой окраски.

Выполняют холостой опыт титрования, используя воду того же качества, что и для растворения кислого фталата калия.

Рассчитывают нормальность N по следующей формуле

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

где W_p — масса кислого фталата калия, г;

204,23 — молекулярная масса кислого фталата калия;

V — объем титранта, израсходованного на титрование соли до определенной конечной точки титрования, см^3;

V_b — объем титранта, израсходованного на титрование холостого опыта, см^3.

7.5.2 Раствор индикатора фенолфталеина

Растворяют (0,1 ± 0,01) г чистого твердого фенолфталеина в 50 м^3 воды, не содержащей CO_2, и 50 см^3 этилового спирта.

7.6 Растворитель для титрования

Смешивают 500 см^3 толуола, 5 см^3 воды с 495 см^3 безводного изопропилового спирта.

Предупреждение — Толуол воспламеняем. Его пары вредны для здоровья. Толуол следует хранить вдали от источников тепла, искрения и открытого огня.

8 Проведение испытания

8.1 Вводят (100 ± 5) г образца, взвешенного с точностью 0,5 г, в коничесуую колбу Эрленмейера вместимостью 500 см^3 (тип подходящей модифицированной колбы показан на рисунке 1). Добавляют 100 см^3 растворителя для титрования и 0,1 см^3 раствора индикатора. Вводят азот через стеклянную трубку наружным диаметром 6—8 мм, конец которой находится на расстоянии 5 мм от дна колбы, со скоростью 600—800 см^3/ мин. Барботаж газа в раствор осуществляют в течение 3 мин ± 30 с, перемешивая таким образом раствор.

8.1.1 Пары, выделяющиеся при подготовке испытуемого раствора, содержат толуол и должны быть удалены вентиляцией воздуха.

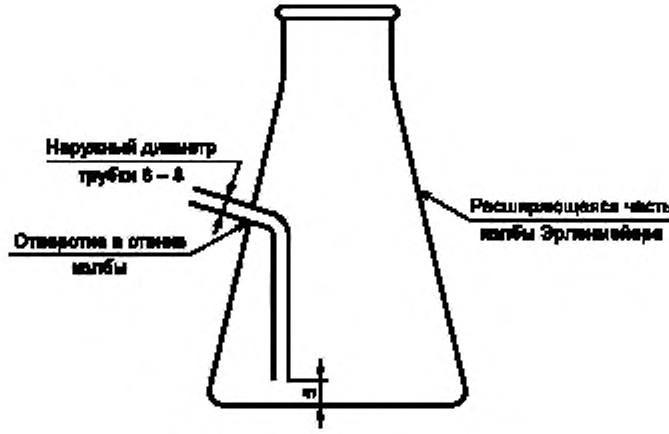


Рисунок 1 — Колба для титрования

8.2 Продолжают барботаж азота и титруют образец спиртовым раствором КОН концентрации 0,01 н., приготовленным по 7.5, без перерыва при температуре ниже 30 °С. Раствор КОН добавляют по каплям, помешивая вращательным движением содержимое колбы; титрование продолжают до получения устойчивой в течение 15 с зеленой окраски.

Примечание — Температура должна быть измерена любым подходящим устройством для измерения температуры.

8.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт, титруя 100 см^3 растворителя в присутствии 0,1 см^3 раствора индикатора, вводя азот тем же самым способом, как описано выше, до той же конечной точки титрования.

9 Контроль качества результатов испытаний

9.1 Ежедневно проводят контроль качества (QC) результатов испытаний (QC-контроль) с целью проверки работоспособности оборудования или правильности выполнения процедуры испытаний, анализируя образцы для контроля качества (QC-образцы) . Для гарантии достоверности результатов испытаний QC-контроль проводят с помощью дополнительных QC-образцов, например взятых в конце испытания партии образцов или после определенного числа образцов. Анализ результатов испытаний QC-образцов может быть выполнен по статистическим контрольным картам*.

Если результаты испытаний QC-образцов выходят за установленные в лаборатории контрольные границы значений для QC-образцов, может потребоваться повторная калибровка оборудования. На установленный период проведения контрольных испытаний лаборатория должна быть обеспечена достаточным количеством QC-образцов; материал должен быть однородным и стабильным в течение установленного периода проведения контрольных испытаний.

По возможности, QC-образцы должны быть представительными по отношению к анализируемым образцам; до проведения процесса измерения QC-образцов для них на контрольных картах должны быть установлены среднее значение и контрольные границы.

Для обеспечения достоверности результатов испытаний QC-образцов для контроля необходимо проверять приемлемость полученных результатов испытаний, применяя точностные характеристики настоящего метода.

Примечание — Поскольку кислотное число QC-образца для контроля может меняться при хранении и выходить за пределы допустимого, стабильность QC-образцов для контроля может стать источником ошибки.

---

* ASTM MNL 7 Руководство по представлению анализа данных контрольных карт, 6-е изд., раздел 3, контрольные карты для индивидуальных пользователей.

10 Расчет результатов

10.1 Кислотное число рассчитывают следующим образом

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

где A — раствор КОН, израсходованный на титрование образца (8.2), см^3;
B — раствор КОН, израсходованный на титрование холостого опыта (8.3), см^3;
N — нормальность раствора КОН;
W — масса испытуемого образца, г.

11 Обработка результатов

11.1 Записывают результат с точностью 0,001 мг КОН/г как кислотное число = результат по ГОСТ Р 52658—2006 .

12 Прецизионность и смещение (отклонение)

12.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода, определенная статистическим исследованием межлабораторных результатов испытаний, представляет собой:

12.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и точном применении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати (таблица 1).

Таблица 1 — Прецизионность*

Примечание — Все значения выражены в единицах кислотного числа.

Среднее кислотноее число	Повторяемость (сходимость)	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

* Данные по прецизионности рассчитывают по следующим формулам:
повторяемость = $0{,}0132\sqrt{a}$;
воспроизводимость = $0{,}0406\sqrt{a}$,
где a — кислотное число.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и точном применении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати (таблица 1).

Примечание — Показатели прецизионности установлены с использованием ручных бюреток. Пользователь стандарта должен знать, что показатели прецизионности не всегда могут быть применены к результатам испытания, полученным с использованием автоматических бюреток, так как статистическая оценка межлабораторных результатов испытаний, полученных с автоматическими бюретками, не проводилась.

12.2 Смещение (отклонение)

Смещение в настоящей методике испытания не установлено, так как значение кислотного числа может быть определено только в условиях настоящего метода испытания.

Приложение А1
(обязательное)

Технические условия на пара-нафтолбензеин

А1.1 Соответствие требованиям

А1.1.1 Внешний вид — красный аморфный порошок.

А1.1.2 Содержание хлоридов — менее 0,5 %.

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

А1.1.4 Минимальная поглощающая способность — 0,1000 г образца, взвешенного с точностью 0,01 мг, растворяют в 250 $см^3$ метанола.

Предупреждение — Метанол воспламеняем. Метанол — яд.

5 $см^3$ полученного раствора доводят до 100 $см^3$ буферным раствором с pH 12. Это окончательное разбавление должно дать минимум поглощения 1,2 при показании в области поглощения 650 нм, если использовать прибор Beckman DU или спектрометр альтернативного типа с кюветой 1 см и в качестве холостого опыта — воду.

А1.1.5 Диапазон pH

А1.1.5.1 Цвет индикатора переходит в чистый зеленый при pH 11 ± 0,5, когда индикатор пара-нафтолбензеин испытывают методом, изложенным в приложении А2, при определении диапазона pHr.

А1.1.5.2 По сравнению с холостым опытом требуется не более 0,5 $см^3$ 0,01 н. раствора КОН для перехода цвета раствора индикатора в первоначальный чистый зеленый цвет.

А1.1.5.3 По сравнению с холостым опытом требуется не более 1,0 $см^3$ 0,01 н. раствора КОН для перехода цвета раствора индикатора в голубой (синий) цвет.

А1.1.5.4 Первоначальное значение pHr раствора индикатора такое же высокое, как и для холостого опыта.

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

Приложение А2
(обязательное)

Метод определения диапазона pHr для индикатора пара-нафтолбензеина

А2.1 Область применения

А2.1.1 Настоящий метод предназначен для установления возможности применения индикатора пара-нафтолбензеина относительно изменения цвета выше области pHr при использовании в настоящем методе испытания.

А2.2 Термины

А2.2.1 Определения терминов, специфичных для настоящего стандарта:

А2.2.1.1 pHr — независимый термин, выражающий относительную активность ионов водорода в смеси толуол-изопропиловый спирт так же, как термин pH выражает истинную активность ионов водорода в водных растворах. Для цели настоящего метода испытания шкала кислотности pHr установлена с помощью двух стандартных буферных растворов, имеющих pHr 4 и pHr 11. Точное соотношение между pHr и истинным pH раствора толуол-изопропиловый спирт неизвестно и не может быть определено.

А2.3 Сущность метода

А2.3.1 Определенное количество индикатора титруют спиртовым раствором гидроокиси калия электрометрически через различные стадии изменений цвета, результаты наносят на диаграмму: показания измерения — единицы pHr.

А2.4 Аппаратура

А2.4.1 Измерительный прибор, стеклянный электрод, каломельный электрод, мешалка, нагреватель и штатив по методу испытаний АСТМ Д 664 — IP 177 (приложение).

А2.5 Реактивы

А2.5.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях должны использоваться химически чистые (х.ч.) реактивы.

Если других указаний нет, это свидетельствует о том, что все реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по реактивам для анализа Американского химического общества, при наличии этих спецификаций. Допускается использование реактивов других марок, если подтверждена высокая чистота реактивов, позволяющая использовать их без снижения точности определения.

А2.5.2 Чистота воды

Вода должна быть дистиллированной.

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

А 2.5.3.1 2,4,6-Триметилпиридин (γ -коллидин) [$(CH_3)_3\ C_5H_2N$)] (мол.масса — 121,18).

Предупреждение — 2,4,6-Триметилпиридин (γ-коллидин) опасен для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза.

Для защиты надевают неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Работают с веществом только в хорошо вентилируемом шкафу или надевают подходящий респиратор, защищающий от органических паров, или респиратор с подачей воздуха. Следует избегать попадания внутрь.

Требования к качеству:

пределы кипения . . . . . 168 °С —170 °С

коэффициент рефракции n_D^{20} . . . . . 1,4982 ± 0,0005

цвет . . . . . бесцветный

А 2.5.3.2 Реактив хранят над активированной окисью алюминия в коричневой стеклянной бутыли.

А 2.5.3.3 Буферный исходный раствор А

Предупреждения

1 Воспламеняем.

2 2, 4, 6-Триметилпиридин (γ -коллидин) опасен для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза.

Для защиты надевают неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Работают с веществом только в хорошо вентилируемом шкафу или надевают подходящий респиратор, защищающий от органических паров, или респиратор с подачей воздуха.

Точно взвешивают (24,2 ± 0,1) г 2,4,6-триметилпиридина (γ-коллидина) и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, содержащую 100 см^3 пропан-2-ола. Используя градуированный цилиндр вместимостью 1 дм^3, добавляют в колбу при постоянном перемешивании ее содержимого $150/C_1 \pm 5$ см^3 спиртового раствора HCl концентрации 0,2 моль/дм^3 (C_1 — точно молярная концентрация раствора HCl, установленная при стандартизации

раствора). Разбавляют полученный раствор пропан-2-олом до метки 1000 см^3 и тщательно перемешивают. Раствор используют в течение двух недель.

А 2.5.3.4 Буфер неводный кислый

Добавляют 10 см^3 буферного исходного раствора А к 100 см^3 растворителя для титрования. Используют полученный раствор в течение 1 ч.

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

А2.5.4.1 мета-Нитрофенол ($NO_2C_6H_4OH$) (мол. масса — 139,11)

Предупреждение — мета-Нитрофенол может быть опасен для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза. Для защиты надевают очки, неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Работают с веществом только в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу или надевают респиратор, защищающий от органических паров, или респиратор с подачей воздуха. Следует избегать попадания внутрь.

Требования к качеству:

температура плавления . . . . . 96 °С —97 °С

цвет . . . . . бледно-желтый

А 2.5.4.2 Хранят реактив в коричневой стеклянной бутыли.

А 2.5.4.3 Буферный исходный раствор В

Предупреждения

1 Воспламеняем.

2 мета-Нитрофенол может быть опасен для здоровья при проглатывании, вдыхании или попадании на кожу или в глаза.

3 Для защиты надевают очки, неопреновые или резиновые перчатки и фартук. Работают с веществом только в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу или надевают респиратор, защищающий от органических паров, или респиратор с подачей воздуха. Следует избегать попадания внутрь.

Точно взвешивают (27,8 ± 0,1) г мета-нитрофенола и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, содержащую 100 см^3 пропан-2-ола.

Используя градуированный цилиндр вместимостью 250 см^3, добавляют в колбу при постоянном перемешивании ее содержимого $50/C_2$ ± 1 см^3 спиртового раствора КОН концентрации 0,2 моль/дм^3 (C_2 — точная молярная концентрация раствора КОН, определенная при стандартизации раствора).

Разбавляют полученный раствор пропан-2-олом до метки 1000 см^3 и тщательно перемешивают. Раствор используют в течение двух недель.

А 2.5.4.4 Буфер неводный основной (щелочной)

Добавляют 10 см^3 буферного исходного раствора В к 100 см^3 растворителя для титрования. Полученный раствор используют в течение 1 ч.

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

Готовят и стандартизуют его в соответствии с АСТМ Д 664 — IP 177.

А2.5.6 Раствор индикатора пара-нафтолбензеина

Готовят, как представлено в 7.3.

А2.5.7 Электролит хлористого калия

Готовят насыщенный раствор хлористого калия (KCl) в воде.

А2.5.8 Стандартный спиртовой раствор гидроокиси калия концентрации 0,2 н.

Готовят, хранят и стандартизуют в соответствии с АСТМ Д 664 — IP 177.

А2.5.9 Растворитель для титрования

Смешивают 500 см^3 толуола, 5 см^3 воды и 495 см^3 безводного изопропилового спирта. Растворитель для титрования следует готовить в большом количестве.

А 2.6 Подготовка системы электродов

А 2.6.1 Техническое обслуживание электродов

Чистят стеклянный электрод (см. примечание к настоящему подразделу) с частыми интервалами (не менее одного раза каждую неделю при постоянном использовании), погружая его в холодный раствор, свободный от хрома, или в другие чистящие растворы для оборудования.

Предупреждение — Вызывает сильные ожоги. Сильный окислитель. Контакт с материалами может привести к возгоранию. Гигроскопичен.

Освобождают электрод от электролита не менее одного раза в неделю и повторно заправляют свежим электролитом KCl. Убеждаются, что кристаллы KCl присутствуют.

Поддерживают уровень эдектролита в электроде сравнения все время выше уровня жидкости в стакане или пробирке для титрования. Когда электроды не используют, нижнюю их часть погружают в воду. Нельзя оставлять их погруженными в растворитель для титрования даже на незначительное время между титрованиями.

Поскольку электроды являются чрезвычайно хрупкими, работают с ними все время очень осторожно.

Примечание — Тщательная очистка электродов*, сохранение шлифованного соединения свободным от инородных материалов, регулярная проверка работы электродов являются очень важными факторами для получения воспроизводимых потенциалов, поскольку загрязнение может вызвать неопределенные ошибочные и незаметные жидкостные контактные потенциалы. Если конечные точки титрования выбирают из точек перегиба на кривой титрования, то упомянутое выше является по важности вторичным. Но это может стать очень важным, если конечные точки титрования выбирают при потенциалах произвольно фиксированных ячеек.

А 2.6.2 Подготовка электродов

До и после использования тщательно вытирают стеклянный электрод чистой тканью или мягкой абсорбирующей тканью и промывают водой.

Вытирают электрод сравнения теми же материалами, что и стеклянный электрод, аккуратно снимают шлифованную втулку (соединение) и тщательно вытирают обе шлифованные поверхности. Заменяют втулку и позволяют нескольким каплям электролита стечь через шлифованное соединение.

Предупреждение — Вызывает сильные ожоги.

Тщательно смачивают поверхности шлифов электролитом, устанавливают втулку прочно на место и промывают электрод водой. До каждого титрования погружают подготовленные электроды в воду не менее чем за 5 мин и удаляют избыток воды перед применением прикосновением к концам электродов сухой простой или абсорбирующей тканью.

А 2.6.3 Испытание электродов

Испытывают измерительную электродную систему при ее первичном использовании или если установлены новые электроды, а затем повторно испытывают через интервалы, погрузив электроды в хорошо перемешиваемую смесь: 100 $см^3$ растворителя для титрования с 1,0 —1,5 $см^3$ спиртового раствора КОН концентрации 0,1 моль/$дм^3$. Для используемой комбинации измеритель — электрод потенциал между электродами должен изменяться более чем на 480 mV от потенциала между такими же электродами, если они погружены в неводный кислый буферный раствор.

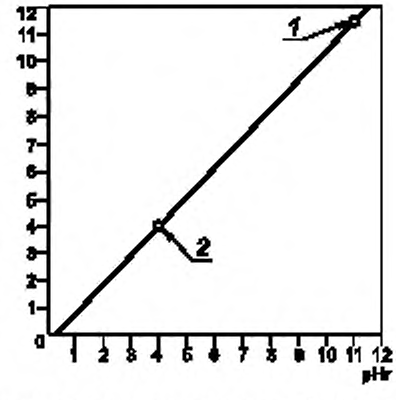
Примечание — В настоящее время доступны значительно более чувствительные электроды, которые показывают в этих условиях изменение потенциала не менее 590 mV, и их использование рекомендовано. Если используют электроды, то их тестируют по 8.3 настоящего стандарта.

А 2.7 Стандартизация аппаратуры

А 2.7.1 Перед каждым испытанием или серией испытаний устанавливают шкалу измерительного прибора на показания pH; помещают электроды в химический стакан, содержащий безводный кислый буферный раствор при температуре (25 ± 2) °С, и интенсивно перемешивают. Когда показания pH-метра становятся постоянными, регулируют асимметрическую шкалу потенциала прибора до значения pH = 4.

А 2.7.2 Удаляют кислый буфер, чистят электроды и погружают их в воду на несколько минут. Сушат электроды и помещают их в стакан, содержащий безводный щелочной буферный раствор при температуре (25 ± 2) °С. Когда показания pH-метра становятся устойчивыми, записывают точное значение. Если показания находятся в пределах (11 ± 0,2) pH, исходная кислотность pHr неизвестных растворов может быть записана непосредственно со шкалы прибора.

Если показания выходят за предел (11 ± 0,2) единиц , делают поправку графически, как показано на рисунке А2.1. Используя этот прием, переводят показания pH-метра в исходную кислотность pHr.



1 — показание прибора в среде щелочного неводного буфера, равное 11,5;
2 — прибор, настроенный на показание 4,0 в кислом неводном буфере

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

* Для детального рассмотрения необходимых мер по тщательной подготовке электродов следует обратиться к Lykken, L., Porter, P., Ruliffson, H.D., and Tuemmler, F.D., «Potentiometric Determination of Acidity in Highly Colored Oils» , Industrial and Engineering Chemistry, Analytical Edition, IENAA, Vol 16, 1944, pp. 219—234.

А 2.8 Проведение испытания

А2.8.1 Титруют 100 $см^3$ растворителя для титрования раствором КОН концентрации 0,01 н. до тех пор, пока значение pH-метра будет равно 13—14 pHr.

А2.8.2 Добавляют 0,5 $см^3$ раствора индикатора к свежей порции растворителя для титрования и после очистки электродов титруют раствором КОН концентрации 0,01 н. до тех пор, пока значение на приборе не будет равно 13 — 14 pHr.

А 2.8.3 Во время титрования наносят на диаграмму объем израсходованного титранта в зависимости от значения pHr или показания прибора и отмечают на кривой изменения цвета при соответствующих величинах pHr.

Примечание — Следует руководствоваться следующими изменениями цвета:

от янтарного к оливково-зеленому;

от оливково-зеленого к чисто зеленому;

от чисто зеленого к сине-зеленому;

от сине-зеленого к синему.

А2.8.4 Вычерчивают ход титрования для холостого опыта на той же самой диаграмме, что и для опыта с индикатором.

А2.9 Расчет результатов

А2.9.1 Вычитают объем титранта, израсходованного на титрование холостого опыта, из объема, израсходованного на титрование раствора индикатора, при том же самом значении pHr, соответствующем определенным изменениям цвета между 10 и 12 pHr.

Приложение В
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным стандартам

Обозначение ссылочного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 664 — IP 177	*
АСТМ Д 1193	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.	

УДК 665.6:543.241.5:006.354 ОКС 75.080 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: авиационное турбинное топливо, кислотное число

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 13.04.2007. Подписано в печать 14.05.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,25. Тираж 254 экз. Зак. 411. С 4024.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru