МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ ISO 6618— 2013**

# НЕФТЕПРОДУКТЫ И СМАЗОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

## Определение кислотного и щелочного чисел титрованием с цветным индикатором

(ISO 6618:1997, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4, выполненного ФГУП «Стандартинформ»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 44-2013 от 14 ноября 2013 г.)

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 |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту

ISO 6618:1997 Petroleum products and lubricants – Determination of acid and basic number – Colour-indicator titration method (Нефтепродукты и смазки. Определение кислотного и основного числа. Метод титрования с цветовым индикатором).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 709-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6618—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2014

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# НЕФТЕПРОДУКТЫ И СМАЗОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

## Определение кислотного и щелочного числа титрованием с цветным индикатором

Petroleum and lubricants. Determination of acid number and basic number by colour indicator titration method

**Дата введения — 2015—01—01**

**Предупреждение** – Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих мер по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет возможности применения законодательных ограничений перед его применением.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотного и щелочного числа в нефтепродуктах и смазочных материалах, растворимых в смесях толуола и 2-пропанола, методом титрования с цветным индикатором. Метод применяют для определения кислот или щелочей, константа диссоциации в воде которых более $10^{-9}$, метод не позволяет обнаружить очень слабые кислоты и щелочи, константа диссоциации которых менее $10^{-9}$. Соли вступают в реакцию, если их константа диссоциации более $10^{-9}$.

Примечание 1 – Предполагается, что присутствие в базовых и отработанных маслах органических и неорганических кислот, эфиров, фенольных соединений, лактонов, смолистых соединений, солей тяжелых металлов и присадок, таких, как ингибиторы и моющие вещества, придает им кислотные свойства, присутствие органических и неорганических оснований, аминосоединений, солей слабых кислот (мыл), солей тяжелых металлов, а также присадок (ингибиторов и моющих веществ) – щелочные свойства.

Метод не используют для определения щелочных компонентов во многих смазочных маслах, содержащих щелочные присадки. Для этой цели следует применять ISO 3771.

Настоящий стандарт характеризует изменения в масле при эксплуатации в условиях окисления. Несмотря на то, что титрование выполняют в определенных равновесных условиях, метод не позволяет определить абсолютные кислотные или щелочные свойства для прогнозирования рабочих характеристик смазок при эксплуатации.

Примечание 2 – Зависимость коррозионной стойкости от кислотного или щелочного чисел не установлена.

Примечание 3 – Многие смазочно-охлаждающие жидкости, противокоррозионные масла и аналогичные компаундированные масла или масла очень темного цвета не испытывают по настоящему методу из-за невозможности точного определения конечной точки титрования с цветным индикатором, такие продукты испытывают по ISO 6619. Значение кислотного или щелочного числа, полученное по настоящему методу титрования с цветным индикатором, может соответствовать значению, полученному по ISO 6619, или отличаться от него.

## 2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытаний)

ISO 3771:1994* Petroleum products – Determination of base number – Perchloric acid potentiometric

* Действует ISO 3771:2011

**Издание официальное**

titration method (Нефтепродукты. Определение щелочного числа. Метод потенциометрического титрования хлорной кислотой)

ISO 6619:1988 Petroleum products and lubricants – Neutralization number – Potentiometric titration method (Нефтепродукты и смазочные материалы. Число нейтрализации. Метод потенциометрического титрования)

Примечание 1 – В ISO 3771 в качестве растворителя используют хлорбензол. Можно использовать другой растворитель.

Примечание 2 – После пересмотра ISO 6619 область применения будет ограничена определением кислотного числа.

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **кислотное число** (acid number): Масса щелочи в миллиграммах гидроксида калия (KOH), необходимая для нейтрализации кислотных компонентов, присутствующих в 1 г пробы, при титровании в установленных условиях.

3.2 **кислотное число сильных кислот** (strong acid number): Масса щелочи в миллиграммах гидроксида калия (KOH), необходимая для нейтрализации сильных кислот, присутствующих в 1 г пробы, при титровании при установленных условиях.

3.3 **щелочное число** (basic number): Масса кислоты, эквивалентная массе щелочи в миллиграммах гидроксида калия (KOH), необходимая для нейтрализации щелочных компонентов, присутствующих в 1 г пробы, при титровании при установленных условиях.

## 4 Сущность метода

Для определения кислотного или щелочного числа растворяют пробу в смеси толуола и 2-пропанола, содержащей небольшое количество воды, конечный однофазный раствор титруют при температуре окружающей среды стандартным спиртовым раствором щелочи или кислоты соответственно до конечной точки, на которую указывает изменение цвета раствора *п*-нафтолбензеина (оранжевого – в кислом растворе и зелено-коричневого – в щелочном растворе).

Для определения кислотного числа сильных кислот отдельную порцию пробы экстрагируют кипящей водой и водный экстракт титруют гидроксидом калия, используя в качестве индикатора метиловый оранжевый.

## 5 Реактивы и материалы

Используют реактивы только квалификации ч. д. а. и воду класса 3 по ISO 3696.

5.1 Обезвоженный 2-пропанол с содержанием воды не более 0,9 % об.

5.2 Толуол.

5.3 Растворитель для титрования

Добавляют 500 $см^3$ толуола (5.2) и 5 $см^3$ воды к 495 $см^3$ 2-пропанола (5.1).

5.4 Соляная кислота (HCl) концентрацией 0,1 моль/$дм^3$, стандартный спиртовой раствор

Готовят в соответствии с 5.4.1 или используют имеющийся в продаже раствор. Титр устанавливают в соответствии с 5.4.2.

5.4.1 Приготовление

Смешивают 9 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (35,4 % масс.) и 1 $дм^3$ 2-пропанола (5.1).

5.4.2 Установка титра

Периодически устанавливают титр для определения изменений в

0,0005 моль/$дм^3$ преимущественно электрометрическим титрованием точно измеренного объем 8 $см^3$ спиртового раствора гидроксида калия концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ (5.4), растворенного в 125

$см^3$ дистиллированной воды, не содержащей двуокись углерода.

5.5 Гидроксид калия (KOH) концентрацией 0,1 моль/$дм^3$, стандартный спиртовой раствор

Готовят в соответствии с 5.5.1 или используют имеющийся в продаже раствор. Титр устанавливают в соответствии с 5.5.2.

5.5.1 Приготовление

В коническую колбу вместимостью 2 $дм^3$ помещают приблизительно 1000 $см^3$ 2-пропанола и добавляют 6 г твердого гидроксида калия. Смесь осторожно кипятят 10 – 15 мин при перемешивании для предотвращения образования осадка на дне колбы.

Добавляют не менее 2 г гидроксида бария $Ba(OH)_2$ и снова осторожно кипятят в течение 5 – 10 мин.

Охлаждают до комнатной температуры, затем выдерживают в течение нескольких часов. Фильтруют верхний слой через воронку из мелкого спеченного стекла или фарфора. Во время фильтрования защищают от воздействия диоксида углерода.

Раствор хранят в дозировочной бутылке из химически стойкого материала. При хранении исключают контакт с резиновой пробкой и смазкой крана, и защищают от воздействия диоксида углерода с помощью трубки, содержащей натровую известь или неволокнистый натриево-силикатный абсорбент[1)]. Для хранения не используют стеклянные бутыли.

5.5.2 Установка титра

Периодически устанавливают титр для определения изменений в

0,0005 моль/$дм^3$, используя 0,10 – 0,15 г фталиевокислого калия, взвешенного с погрешностью 0,0002 г и растворенного в 100 $см^3$ воды, не содержащей двуокись углерода. Для определения конечной точки титрования используют раствор фенолфталеина.

Примечание 1 – Для упрощения вычислений можно изменить концентрацию стандартных растворов гидроокиси калия и соляной кислоты так, чтобы 1 $см^3$ раствора был эквивалентен 5 мг гидроксида калия.

Примечание 2 – Учитывая значение коэффициента объемного расширения 2-пропанола, стандартные спиртовые растворы рекомендуется стандартизировать при температуре, близкой к температуре титрования пробы (20 °C).

5.6 Раствор индикатора метилового оранжевого

Растворяют 0,1 г метилового оранжевого в 100 $см^3$ воды.

5.7 *п*-Нафтолбензеин

Раствор индикатора, соответствующий требованиям, приведенным в приложениях А и В. Растворяют 1,0 г *п*-нафтолбензеина в 100 $см^3$ растворителя для титрования (5.3).

Примечание – При проведении исследований в 1992 г. было установлено, что только один имеющийся в продаже индикатор соответствовал требованиям, приведенным в приложении А[2)]. Поэтому рекомендуется строго выполнять эти требования.

5.8 Раствор индикатора фенолфталеина

Растворяют 0,5 г фенолфталеина в 100 $см^3$ 2-пропанола (5.1).

5.9 Фталиевокислый калий.

## 6 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование.

6.1 Бюретки вместимостью 50 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$ или вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$.

## 7 Подготовка пробы отработанного масла

7.1 Необходимо строго соблюдать требования к отбору проб, установленные в 7.2 и 7.3. Получение не представительной пробы может привести к серьезным ошибкам.

---

[1)] Ascarite, Carbosorb и Indecarb являются примерами имеющихся в продаже продуктов. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтительное отношение ISO к указанной продукции.

[2)] Твердый *п*-нафтолбензеин, соответствующий требованиям, приведенным в приложении А, можно приобрести в Distillation Products Industries, Easten Organic Chemecals Dept., Rochester 3, New York, USA. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO для предпочтительного использования указанной продукции.

Примечание – Осадок может быть кислотным, щелочным или может содержать абсорбированные из пробы кислые или щелочные вещества.

Так как характеристики отработанного масла могут значительно изменяться при хранении, испытание образцов следует проводить по возможности быстро после удаления масла из смазочной системы; следует регистрировать даты отбора проб и проведения испытания.

7.2 Нагревают пробу отработанного масла до температуры (60 ± 5) °С в исходном контейнере и взбалтывают для равномерного распределения осадка в масле. Если исходный контейнер (жестяная банка или стеклянный сосуд) заполнен более чем на три четверти, пробу переносят порциями в чистую стеклянную бутылку вместимостью не менее чем на одну треть больше объема пробы при энергичном встряхивании для переноса всех следов осадка.

Примечание – Пробу не нагревают, если при визуальном осмотре не обнаружен осадок.

7.3 После получения суспензии осадка в масле удаляют крупные частицы примесей фильтрованием пробы или аликвоты пробы через фильтр из проволочной сетки с размером ячейки 150 мкм.

## 8 Определение кислотного числа

8.1 В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают массу анализируемой пробы в соответствии с таблицей 1. Добавляют 100 $см^3$ растворителя для титрования (5.3) и 0,5 $см^3$ раствора индикатора (5.7) и, не закрывая пробкой, перемешивают круговыми движениями до полного растворения пробы. Если смесь окрашивается в желто-оранжевый цвет, переходят к 8.2; при образовании зеленого или зелено-черного цвета смеси переходят к разделу 9.

Таблица 1 – Масса пробы

| Тип масла | Кислотное или щелочное число | Масса пробы для испытания, г | Точность взвешивания, г |
|---|---|---|---|
| Свежие или светлые масла | До 3 включ.<br>От 3 до 25 включ.<br>» 25 » 250 « | 20 ± 2<br>2,0 ± 0,2<br>0,20 ± 0,02 | 0,05<br>0,01<br>0,001 |
| Отработанные или темные масла | До 25 включ.<br>От 25 до 250 включ. | 2,0 ± 0,2<br>0,20 ± 0,02 | 0,01<br>0,001 |
| Примечание – Для получения более точных результатов испытания светлого масла с низким кислотным числом масса пробы для испытания должна быть 20 г. Масса пробы испытуемых масел темного цвета ограничена указанным значением для снижения влияния темного цвета. | | | |

8.2 Сразу титруют смесь при температуре не выше 30 °С. Добавляют порциями раствор гидроксида калия (5.5) и для распределения раствора гидроксида калия перемешивают содержимое колбы круговыми движениями. Энергично встряхивают вблизи конечной точки титрования, исключая воздействие диоксида углерода на растворитель. Конечную точку титрования считают достигнутой, если изменение цвета сохраняется в течение 15 с или если окрашивание исчезает после добавления двух капель раствора соляной кислоты (5.4).

В кислых маслах оранжевая окраска при приближении к конечной точке титрования меняется на зеленую или зелено-коричневую.

Чтобы отметить конечную точку титрования темного масла при изменении окраски при добавлении нескольких капель титрующего раствора, энергично встряхивают колбу, для быстрого получения небольшого объема пен и наблюдают окрашивание в свете белой флуоресцентной лампы, расположенной на уровне поверхности стола.

8.3 Проводят холостое титрование 100 $см^3$ растворителя для титрования и 0,5 $см^3$ раствора индикатора, добавляя гидроксид калия порциями по 0,05 или

0,1 $см^3$. Регистрируют объем раствора гидроксида калия, необходимый для достижения конечной точки (переход от оранжевой окраски к зеленой) титрования.

## 9 Определение щелочного числа

9.1 Если после добавления индикатора (8.1) растворитель для титрования (5.3), содержащий растворенное масло, принимает зеленую или зеленовато-коричневую окраску, титруют в соответствии с 8.2, используя в качестве титранта (5.1) раствор соляной кислоты, до изменения зелено-

коричневой окраски в оранжевую.

9.2 Проводят холостое титрование в соответствии с 8.3.

Примечание – Растворитель для титрования обычно содержит примеси слабых кислот, реагирующие с сильнощелочными компонентами испытуемой пробы. Для корректировки щелочного числа определяют кислотное число холостой пробы растворителя для титрования.

## 10 Определение кислотного числа сильных кислот

10.1 В делительную воронку вместимостью 250 см$^3$ помещают приблизительно 25,00 г представительной пробы, взвешенной с точностью до 0,05 г, и добавляют 100 см$^3$ кипящей воды. Энергично встряхивают и после разделения фаз сливают водную фазу в стакан вместимостью 500 см$^3$. Затем дважды экстрагируют пробу кипящей водой порциями по 50 см$^3$, собирают экстракты в стакан.

К объединенным экстрактам добавляют 0,1 см$^3$ раствора индикатора метилового оранжевого (5.6) и, если раствор окрашивается в розовый или красный цвет, титруют раствором гидроксида калия (5.5) до золотисто-коричневого окрашивания раствора. Если первоначальная окраска раствора другого цвета, кислотное число сильных кислот принимают равным нулю.

10.2 В коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ помещают 200 см$^3$ кипящей воды из того же источника, который использовался в 10.1. Добавляют 0,1 см$^3$ раствора индикатора метилового оранжевого (5.6). Если раствор индикатора имеет желто-оранжевый цвет, титруют раствором соляной кислоты (5.4) до той же конечной точки, как при титровании испытуемой пробы.

Если цвет индикатора розовый или красный, титруют раствором гидроксида

## 11 Вычисления

### 11.1 Кислотное число

Кислотное число *AN*, мг KOH/г пробы, вычисляют по формуле

$$AN = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c_{KOH} \cdot 56{,}1}{m}, \quad (1)$$

где $V_1$ – объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование испытуемой пробы, см$^3$;

$V_0$ – объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование холостого раствора, см$^3$;

$c_{KOH}$ – концентрация стандартного раствора гидроксида калия, моль/дм$^3$;

$m$ – масса испытуемой пробы, г.

### 11.2 Кислотное число сильных кислот

Кислотное число сильных кислот *SAN*, мг KOH/г пробы, вычисляют по формуле (2), если холостое титрование проводили кислотой, или по формуле (3), если холостое титрование проводили щелочью

$$SAN = \frac{[(V_2 \cdot c_{KOH}) + (V_3 \cdot c_{HCl})] \cdot 56{,}1}{m}, \quad (2)$$

$$SAN = \frac{(V_2 - V_4) \cdot c_{KOH} \cdot 56{,}1}{m}, \quad (3)$$

где $V_2$ – объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование водного экстракта (10.1), см$^3$;

$c_{KOH}$ – концентрация стандартного раствора гидроксида калия, моль/дм$^3$;

$V_3$ – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование холостого раствора (10.2), см$^3$;

$c_{HCl}$ – концентрация стандартного раствора соляной кислоты, моль/дм$^3$;

$m$ – масса испытуемой пробы, г;

$V_4$ – объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование холостого раствора (10.2), см$^3$.

### 11.3 Щелочное число

Щелочное число *BN*, мг КОН/г пробы, вычисляют по формуле

$$BN = \frac{[(V_5 \cdot c_{HCl}) + (V_0 \cdot c_{KOH})] \cdot 56{,}1}{m}, \quad (4)$$

где $V_5$ – объем раствора стандартного раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование испытуемой пробы (раздел 9), $см^3$.

## 12 Оформление результатов

Результаты, вычисленные в соответствии с разделом 11, регистрируют как кислотное число, кислотное число сильных кислот или щелочное число с точностью до 0,1.

## 13 Прецизионность

Прецизионность метода, полученная при статистическом анализе результатов межлабораторных испытаний, приведена ниже.

### 13.1 Повторяемость

Расхождение между результатами последовательных испытаний, полученными одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном проведении испытания может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2 – Прецизионность метода

| Кислотное или щелочное число | Повторяемость | Воспроизводимость |
|---|---|---|
| До 0,1 включ. | 0,03 | 0,04 |
| От 0,1 до 0,5 включ. | 0,05 | 0,08 |
| « 0,5 « 1,0 « | 0,08 | 15 % |
| « 1,0 « 2,0 « | 0,12 | 15 % |

Примечание 1 – Значения применимы только к неиспользованным нефтяным маслам светлого цвета без присадок и к неиспользованным и отработанным ингибированным маслам для паровых турбин. Недостаточный объем данных по другим маслам, на которые распространяется настоящий стандарт, не позволяет определить прецизионность.

Примечание 2 – Прецизионности не используют для масел темного цвета, для которых невозможно определить конечную точку титрования по изменению цвета индикатора.

### 13.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух единичных и независимых результатов испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном проведении испытания может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати:

## 14 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;

c) результат испытаний (см. раздел 12);

d) любое отклонение от методики настоящего стандарта;

e) дату проведения испытания.

**Приложение А**
**(обязательное)**

## Требования к *п*-нафтолбензеину

**А.1 Внешний вид**

Аморфный порошок красного цвета.

**А.2 Содержание хлорида**

Массовая доля хлорида – не более 0,5 %.

**А.3 Растворимость**

10 г *п*-нафтолбензеина должны полностью растворяться в 1 $дм^3$ растворителя для титрования (5.3).

**А.4 Минимальная оптическая плотность**

Растворяют точно 0,1 г пробы в 250 $см^3$ метанола. Помещают в мерную колбу 5 $см^3$ полученного раствора и доводят до 100 $см^3$ буферным раствором pH 12. Буферный раствор готовят смешиванием 50 $см^3$ раствора двухосновного фосфата натрия концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ с 26,9 $см^3$ раствора гидроксида натрия концентрацией 0,05 моль/$дм^3$. Полученный разбавленный раствор должен иметь минимальную оптическую плотность 1,2 при длине волны 650 нм, измеренную подходящим спектрометром[1)] в кюветах с длиной оптического пути 1 см с использованием воды в холостом опыте.

**А.5 Диапазон pH**

А.5.1 При определении диапазона pHr для индикатора *п*-нафтолбензеина по методу, изложенному в приложении В, индикатор принимает чистую зеленую окраску при относительном значении pH (11,0 ± 0,5).

А.5.2 Для получения первоначальной чистой зеленой окраски индикаторного раствора (см. В.8) требуется не более чем на 0,5 $см^3$ раствора гидроксида калия концентрацией 0,01 моль/$дм^3$ больше, чем для холостого титрования.

А.5.3 Для получения синей окраски индикаторного раствора требуется не более чем на 1,0 $см^3$ раствора гидроксида калия концентрацией 0,01 моль/$дм^3$ больше, чем для холостого титрования.

А.5.4 Первоначальный pHr раствора индикатора должен быть не менее pH раствора для холостого титрования.

[1)] Спектрометр Beckman DU является примером имеющегося в продаже прибора. Эта информация приведена только для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекомендацией ISO для предпочтительного использования указанного прибора.

**Приложение В**
**(обязательное)**

## Определение диапазона pH (pHr) индикатора *п*-нафтолбензеина

**В.1 Область применения**

В настоящем приложении приведен метод определения пригодности использования в настоящем стандарте индикатора *п*-нафтолбензеина.

**В.2 Термины и определения**

В настоящем приложении применен следующий термин с соответствующим определением:

В.2.1 **диапазон pHr** (pHr range): Произвольный термин, характеризующий относительную активность ионов водорода в среде толуол/2-пропанол аналогично тому, как термин pH характеризует фактическую активность ионов водорода в водных растворах.

Применительно к настоящему стандарту шкалу кислотности pHr определяют по двум стандартным буферным растворам, которые обозначают pHr 4 и pHr 11. Точная взаимосвязь между pHr и истинным pH смеси толуол/2-пропанол не установлена.

**В.3 Сущность метода**

Установленный объем индикатора титруют электрометрически спиртовым раствором гидроксида калия, получая различные изменения цвета, результаты показаний измерительного прибора, пересчитанные в единицы pHr, наносят на график.

**В.4 Реактивы и материалы**

В.4.1 Гидроксид калия концентрацией 0,01 моль/ дм$^3$, стандартный спиртовой раствор.

**В.4.2 Кислый буферный раствор pHr 4,0**

Готовят исходный раствор по ISO 6619. Добавляют 10 см$^3$ исходного буферного раствора к 100 см$^3$ растворителя для титрования (5.3). Используют разбавленный раствор в течение 1 ч.

**В.4.3 Щелочной буферный раствор pHr 11,0**

Готовят исходный раствор по ISO 6619. Добавляют 10 см$^3$ исходного буферного раствора к 100 см$^3$ растворителя для титрования (5.3). Используют разбавленный раствор в течение 1 ч.

**В.4.4 Хлорида калия электролит**

Готовят насыщенный раствор хлорида калия (KCl) в воде.

**В.5 Аппаратура**

pH-метр, стеклянный электрод, каломельный электрод, мешалка, химический стакан и штатив, соответствующие требованиям ISO 6619.

**В.6 Подготовка системы электродов**

Готовят систему электродов по ISO 6619.

**В.7 Стандартизация аппаратуры**

В.7.1 Перед проведением каждого испытания или серии испытаний устанавливают измерительный прибор таким образом, чтобы показания можно было снимать по шкале pH, вставляют электроды в стакан, содержащий кислый неводный буферный раствор (В.4.2) при температуре (25 ± 2) °С и энергично перемешивают раствор. После установления постоянных показаний pH-метра регулируют асимметричную шкалу напряжения прибора таким образом, чтобы прибор показывал значение 4,0.

В.7.2 Удаляют кислый буферный раствор, чистят электроды и погружают их в воду на несколько минут. Сушат электроды и вставляют их в стакан, содержащий щелочной неводный буферный раствор (В.4.3) при температуре (25 ± 2) °С. Регистрируют точное значение после установления постоянного значения pH.

В.7.3 Если по В.7.2 получают значение pH 11,0 ± 0,2, первоначальную кислотность pHr неизвестных растворов можно считывать непосредственно со шкалы прибора.

При получении другого значения pH строят корректировочный график, как показано на рисунке В.1, и используют его для преобразования показаний pH-метра в первоначальную кислотность pHr.

**В.8 Проведение испытания**

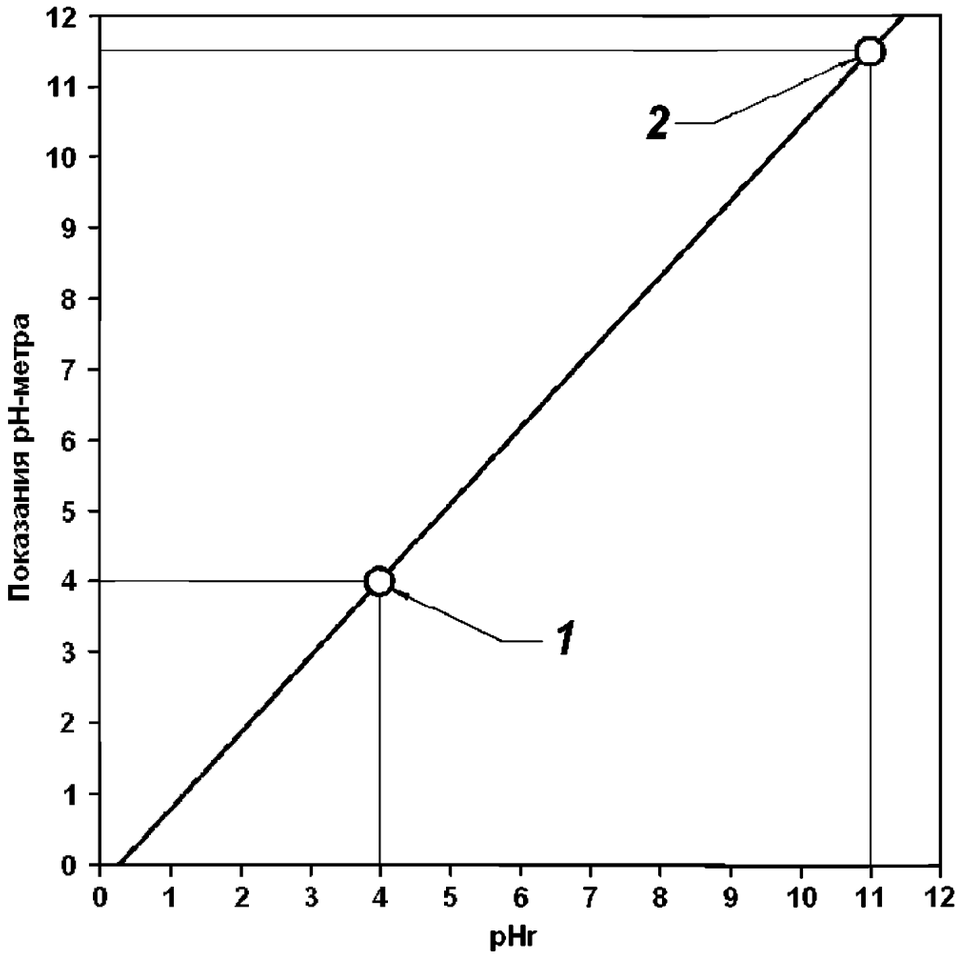
В.8.1 Титруют 100 см$^3$ растворителя для титрования (5.3) раствором гидроксида калия (В.4.1) до получения значения pH от 13 до 14. (см. В.8.4).

В.8.2 Добавляют 0,5 см$^3$ испытуемого раствора индикатора *п*-нафтолбензеина к свежей порции растворителя для титрования и после очистки электродов титруют раствором гидроксида калия (В.4.1) до показания прибора pHr от 13 до 14.

В.8.3 По результатам титрования строят график зависимости объема титранта от значений pHr или показаний прибора и отмечают на графике изменения цвета, соответствующие значениям pHr.

Примечание – Для руководства приведены следующие изменения цвета:
- янтарный в оливково-зеленый;
- оливково-зеленый в чисто зеленый;
- чисто зеленый в голубовато-зеленый;
- голубовато-зеленый в синий.

В.8.4 Результаты титрования холостой пробы наносят на график для индикатора.




*1* – значение 4,0 по pH-метру для кислого неводного буферного раствора; *2* – значение 11,5 – пример показания pH-метра для щелочного неводного буферного раствора

Рисунок В.1 – Пример калибровочного графика для преобразования значений показаний pH-метра в pHr

**В.9 Обработка результатов**

Для получения истинного диапазона pHr индикатора вычитают объем титранта, израсходованного на холостое титрование, из объема титранта, израсходованного для раствора индикатора, при одинаковых значениях pHr, соответствующих определенным изменениям цвета в диапазоне от 10 до 12 pHr.

**Приложение Д.А**
**(справочное)**

## Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица Д.А.1

| Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
|---|---|---|
| ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Спецификация и методы испытаний | – | * |
| ISO 3771:2011 Нефтепродукты. Определение основного числа. Метод потенциометрического титрования хлорной кислотой | IDT | ГОСТ ISO 3771–2013 Нефтепродукты. Определение щелочного числа методом потенциометрического титрования хлорной кислотой |
| ISO 6619:1988 Нефтепродукты и смазочные материалы. Число нейтрализации. Метод потенциометрического титрования | ISO 6619 | ГОСТ ISO 6619–2013 Нефтепродукты и смазки. Число нейтрализации. Метод потенциометрического титрования |

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание – В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

IDT – идентичные стандарты

УДК 665.7:543.241:006.354 МКС 75.080 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, смазочные материалы, кислотное число, щелочное число, титрование с цветным индикатором

Подписано в печать 01.10.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 46 экз. Зак. 3858

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru