ГОСТ 30050—93
(ИСО 3771—77)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ. ОБЩЕЕ ЩЕЛОЧНОЕ ЧИСЛО

МЕТОД ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ ХЛОРНОЙ КИСЛОТОЙ

Издание официальное

БЗ 5—94/230

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией
ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г. (протокол № 4—93 от 21.10.93 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Казглавстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 23.11.94 № 283 межгосударственный стандарт ГОСТ 30050—93 (ИСО 3771—77) «Нефтепродукты. Общее щелочное число. Метод потенциометрического титрования хлорной кислотой» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.07.95

4 Разделы настоящего стандарта представляют собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 3771—77 «Нефтепродукты. Общее щелочное число. Метод потенциометрического титрования хлорной кислотой» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

СОДЕРЖАНИЕ

1 Назначение и область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Определение 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 3
6 Аппаратура 5
7 Подготовка пробы 6
8 Подготовка системы электродов 7
9 Проведение испытания 8
10 Обработка результатов 10
11 Обратное титрование 11
12 Точность метода 12
13 Протокол испытания 14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ. ОБЩЕЕ ЩЕЛОЧНОЕ ЧИСЛО

Метод потенциометрического титрования хлорной кислотой

Petroleum products. Total base number.
Perchloric acid potentiometric titration method

Дата введения 1995—07—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения основных компонентов в нефтепродуктах методом потенциометрического титрования хлорной кислотой, растворенной в ледяной уксусной кислоте[1)].

Стандарт устанавливает метод определения общего щелочного числа, в том числе свежих и отработанных масел и присадок.

1.2 Компоненты, имеющие основные свойства, включают органические и неорганические основания, аминосоединения, соли слабых кислот (например мыла), основные соли многоосновных кислот и соли тяжелых металлов.

Дополнения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

[1)] Для многих нефтепродуктов этот метод дает результаты, аналогичные результатам, полученным при определении общего щелочного числа по ГОСТ 11362 (ИСО 6619) «Нефтепродукты и присадки. Метод определения щелочных, кислотных чисел и кислотности потенциометрическим титрованием», но с продуктами, содержащими такие соединения, как высокощелочные присадки и азотистые полимерные соединения, можно получить результаты, превышающие результаты, полученные при использовании метода по ГОСТ 11362 (ИСО 6619).

Издание официальное

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 11362—76 Нефтепродукты. Метод определения числа нейтрализации потенциометрическим титрованием

ГОСТ 20292—74 Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

В настоящем стандарте используется следующее определение.

Общее щелочное число — количество хлорной кислоты, выраженное эквивалентным числом миллиграммов едкого калия (или в миллиэквивалентах едкого кали на грамм), которое требуется для нейтрализации всех основных компонентов, присутствующих в 1 г массы пробы при титровании в данных условиях.

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

4.1 Сущность метода заключается в растворении испытуемой массы в безводной смеси хлорбензола и ледяной уксусной кислоты и объемном титровании раствором хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте потенциометрическим способом. При титровании в качестве индикаторного электрода применяют стеклянный электрод, в качестве сравнительного — каломельный, который соединяют с раствором испытуемой массы посредством солевого мостика. Показания потенциометра наносят на график в зависимости от соответствующих им объемов титрованного раствора. Конечная точка определяется на последнем изгибе полученной кривой.

4.2 При титровании отработанных масел согласно 4.1 кривая результатов не имеет четкого изгиба, в таких случаях используют обратное титрование стандартным титрованным раствором ацетата натрия (см. разд. II).

5 РЕАКТИВЫ

Для анализа используют только реактивы ч. д. а. и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Ледяная уксусная кислота

Предостережение. Уксусная кислота, уксусный ангидрид, хлорбензол токсичны и вызывают раздражение. Все операции с этими реактивами проводят в хорошо проветриваемом помещении, желательно в вытяжном шкафу.

5.2 Уксусный ангидрид (см. предостережение в 5.1).

5.3 Хлорбензол (см. предостережение в 5.1).

5.4 Калий фталевокислый кислый (бифталат калия) ($KHC_8H_4O_4$).

5.5 Карбонат натрия безводный (Na_2CO_3).

5.6 Электролит (перхлорат натрия).

Насыщенный раствор перхлората натрия ($NaClO_4$) готовят в ледяной уксусной кислоте (5.1). Избыток нерастворившегося перхлората натрия должен всегда находиться в нижней части раствора.

Предостережение. Перхлорат натрия токсичен и вызывает раздражение. При нагревании перхлорат натрия является сильным окислителем. Необходимо соблюдать большую осторожность и избегать контакта с органическими веществами при условиях, которые могут привести к последующему высыханию или нагреванию. Пролитую жидкость необходимо немедленно и тщательно смыть водой.

5.7 Растворитель для титрования. Добавляют 1 объем ледяной уксусной кислоты (см. предостережение в 5.1) к 2 объемам хлорбензола.

5.8 Хлорная кислота, 0,1 моль/дм^3 стандартный уксуснокислый раствор

5.8.1 Подготовка к титрованию

Смешивают 8,5 см^3 70—72 %-ной (по массе) хлорной кислоты ($HClO_4$) или 10,2 см^3 60—62 %-ной (по массе) хлорной кислоты, или 11,8 см^3 57 %-ной (по массе) хлорной кислоты с 500 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1) и 30 см^3 (или 35 см^3, если используют 57 %-ную (по массе) хлорную кислоту) ангидрида уксусной кислоты (5.2) (см. примечание). Разбавляют до 1 дм^3 ледяной уксусной кислотой.

Раствор выдерживают в течение 24 ч перед установкой титра.

Предостережение. Настоящий раствор хлорной кислоты не является опасным в условиях проведения данного испытания. Однако концентрированная хлорная кислота является сильным окислителем и

образует взрывчатые смеси при нагревании с органическими веществами.

Необходимо соблюдать большую осторожность и избегать контакта с органическими веществами, так как может иметь место нагревание или высыхание. Пролитая кислота должна быть немедленно и тщательно смыта водой.

Примечание — Необходимо избегать избытка ангидрида уксусной кислоты, чтобы предотвратить ацетилирование любых первичных или вторичных аминов, которые могут присутствовать в пробе для испытания.

5.8.2 Установка титра

Определенное количество бифталата калия (5.4) высушивают в сушильном шкафу при температуре 120 °С в течение 2 ч и охлаждают. Затем 0,1—0,2 г бифталата калия взвешивают с точностью до 0,1 мг и осторожно растворяют в 40 см^3 теплой ледяной уксусной кислоты, добавляют 80 см^3 хлорбензола (5.3), охлаждают и титруют раствором хлорной кислоты (5.8.1), используя электродную систему и методы, представленные в 8.1—8.4 и 9.3—9.5. После этого определяют конечную точку тем же методом, которым определяют щелочное число (10.2). Потом проводят холостое титрование на 40 см^3 ледяной уксусной кислоты плюс 80 см^3 хлорбензола (9.6).

5.8.3 Расчет

Титр раствора хлорной кислоты (T_0) вычисляют по формуле

$$T_0 = \frac{1000m}{204,23 \times (V_1 - V_0)}, \qquad (1)$$

где m — масса калия фталевокислого кислого (бифталата калия), г;

V_0 — объем раствора хлорной кислоты, пошедший на титрование контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем хлорной кислоты, пошедший на титрование, см^3.

Примечания

1 Из-за относительно большого коэффициента объемного расширения органических жидкостей раствор хлорной кислоты в уксусной кислоте используют при температуре, отличающейся от температуры, при которой устанавливался титр, на ±5 °С. Если температура выше на 5 °С, то умножают объем на коэффициент $1-(t\times0,001)$. Если температура была ниже на 5 °С, то умножают объем на коэффициент $1+(t\times0,001)$.

2 Раствор хлорной кислоты титруют не реже одного раза в неделю или чаще, если есть подозрение, что титр раствора изменился.

5.9 Уксуснокислый натрий, 0,1 моль/дм^3 стандартный уксуснокислый раствор (для обратного титрования)

5.9.1 Подготовка раствора

Безводный карбонат натрия (5.5) в количестве 5,3 г растворяют в 300 см^3 уксусной кислоты и доводят до 1 дм^3 уксусной кислотой после полного растворения.

5.9.2 Установка титра

120 см^3 растворителя (5.7) и 8 см^3 стандартного уксуснокислого раствора хлорной кислоты (5.8) титруют раствором ацетата натрия (5.9.1) при использовании электродной системы в соответствии с 8.1—8.4 и 9.3—9.5. Конечную точку определяют тем же методом, которым определяют щелочное число (10.2).

5.9.3 Титр раствора уксуснокислого натрия T_1 рассчитывают по формуле

$$T_1 = \frac{(8,00 - V_0)T_0}{V_2}, \qquad (2)$$

где T_0 и V_0 определены (1);

V_2 — объем уксуснокислого натрия, используемый при установке титра, см^3.

Примечание — Раствор уксуснокислого натрия титруют раз в неделю и чаще, если есть подозрение, что титр раствора изменился.

6 АППАРАТУРА

6.1 Потенциометр (pH-метр) с автоматической или ручной записью.

6.2 Стеклянный электрод общего назначения, обеспечивающий измерение pH от 0 до 11.

6.3 Электроды: эталонный электрод, насыщенный каломельный втулочного типа с безводным солевым мостиком.

Примечание — Некоторые эталонные электроды с оплавленной или волокнистой диафрагмой, а также комбинированные системы из стеклянных и сравнительных электродов, такие как система, состоящая из стеклянного электрода с одним стержнем и электрода из серебра (хлористого серебра). Эти электроды могут быть использованы при условии применения мостика перхлората натрия. Однако при появлении неустойчивости или в связи с другими проблемами применяют электрод втулочного типа.

6.4 Мешалка механическая или электрическая с переменными скоростями, снабженная пропеллером или лопастью из химически инертного материала. Если применяется электрическая мешалка, ее необходимо заземлить, чтобы включение и выключение источника тока к

мотору не вызвало постоянного изменения показаний во время титрования. Допускается применять магнитную мешалку с палочкой для перемешивания при условии соблюдения вышеуказанных требований.

6.5 Бюретки вместимостью 5, 10 и 25 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$ и калиброванные с точностью ±0,02 $см^3$ по ГОСТ 20292 или автоматические бюретки, калиброванные с аналогичной точностью.

6.6 Химический стакан для титрования из боросиликатного стекла вместимостью 250 $см^3$, предпочтительно высокий (ячейка для титрования) по ГОСТ 25336.

6.7 Штатив для титрования

Штатив для размещения химического стакана, электродов, мешалки и бюретки. Желательно, чтобы конструкция позволила перемещать стакан, не меняя положения электродов, бюретки и мешалки.

Примечание — Некоторая аппаратура может быть чувствительна к интерференции, создаваемой статическим электричеством, проявляющейся в беспорядочных движениях самописца или индикатора-счетчика, когда к титровальной системе (стакану и электроду) приближается оператор. В этом случае стакан помещают в тонкую медную сетку цилиндрической формы.

6.8 Шкаф сушильный с температурой нагрева до 350 °С

6.9 Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,07 г.

6.10 Весы технические с погрешностью взвешивания не более 0,07 г.

6.11 Воронки для титрования.

6.12 Фильтровальная бумага.

6.13 Секундомер.

7 ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

Отбор проб по ГОСТ 2517.

Необходимо, чтобы проба была представительной, так как любой осадок может быть кислотным или основным, или впитавшим кислотные или основные вещества из жидкой фазы. При необходимости для лучшего перемешивания пробу следует подогревать.

Отработанные масла тщательно встряхивают для обеспечения однородности перед взятием пробы для испытания.

Пробу испытуемого продукта размешивают, взбалтывая ее в бутылке, заполненной не более чем на $^2/_3$ вместимости. Если проба высоковязкая или неоднородная, то ее предварительно нагревают от 50 до 60 °С.

8 ПОДГОТОВКА СИСТЕМЫ ЭЛЕКТРОДОВ

8.1 Подготовка электродов

Если у каломельного электрода (6.3) необходимо сменить водный мостик на безводный, сливают водный раствор, вымывают все кристаллы хлористого калия водой, затем ополаскивают наружную рубашку (солевой мостик) несколько раз электролитом перхлората натрия (5.6). Затем наливают электролит перхлората натрия в наружную рубашку до наполняющего отверстия.

При применении электрода втулочного типа осторожно удаляют стеклянную втулку, тщательно протирают электролитом поверхности основания. Затем стеклянную втулку свободно устанавливают на место и дают возможность электролиту стечь на стеклянные основания шлифа и тщательно смочить поверхности основания. После этого втулку плотно устанавливают на место.

Наружную рубашку заполняют электролитом перхлората натрия и промывают электрод хлорбензолом (5.3). Во время проведения испытания уровень электролита в каломельном электроде должен быть выше уровня жидкости в химическом стакане (6.6) для предотвращения загрязнений в солевом мостике.

В нерабочем состоянии каломельный электрод наполняют электролитом (перхлорат натрия), оставляют пробку в отверстии и погружают электроды в воду так, чтобы уровень электролита был выше уровня воды.

8.2 Проверка электродов

Система электродов проверяется при введении в действие нового прибора или установлении новых электродов, а также проверяется периодически следующим образом:

электроды погружают в тщательно перемешанную смесь 100 $см^3$ ледяной уксусной кислоты (5.1) и 0,2 г бифталата калия (5.4) и записывают показания титрометра. Промывают электрод хлорбензолом (5.3) и погружают в смесь из 100 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и 1,5 $см^3$ стандартного уксуснокислого раствора хлорной кислоты (5.8). Разность показаний должна быть не меньше 0,30 В.

Примечание — Электроды необходимо проверять не менее одного раза в неделю и чаще, если есть подозрение, что они изменились.

8.3 Очистка электродов

После титрования необходимо сначала промыть электроды растворителем для титрования (5.7) для удаления масла от предыдущего ис-

пытания, затем водой, чтобы растворить остатки перхлората натрия, который мог образоваться вокруг втулки каломельного электрода, и восстановить водный слой геля стеклянного электрода. Затем необходимо промыть вновь электроды растворителем для титрования. До начала серии титрований электрод промывают и проводят одно или два контрольных титрования на растворителе для проверки электродов.

Если необходимо, контрольное испытание повторяют.

8.4 Хранение электродов

Если стеклянные электроды загрязнились (6.2), их погружают в холодный раствор хромовой кислоты на 5 мин, затем промывают водой. После промывки электрод испытывают, как описано в 8.2. Очистку каломельного электрода проводят просушиванием и заполнением свежим раствором перхлората натрия (5.6). Уровень электролита в каломельном электроде должен быть всегда выше уровня жидкости в химическом стакане.

Электроды не должны находиться в растворителе для титрования (5.7) дольше, чем это необходимо между титрованиями.

Хотя электроды не очень хрупкие, с ними всегда следует обращаться осторожно и особенно следить за тем, чтобы не поцарапать стеклянный электрод.

9 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

9.1 Массу пробы для испытания рассчитывают по ожидаемому общему щелочному числу (*TBN*) по уравнению, г.

$$\text{Приблизительная масса, г} = \frac{28}{\text{ожидаемое } TBN}. \qquad (3)$$

Примечания:

1 Если нет возможности рассчитать массу по (3), то используют примечание к 11.2.

2 Если ожидаемое *TBN* неизвестно, его можно приблизительно узнать следующим образом. От 0,2 до 0,3 г испытуемого вещества титруют до конечной точки 570 мВ. Его величину рассчитывают как точку изгиба кривой и делят результат на 28.

Массу пробы взвешивают в стакане для титрования со следующей точностью, г:

при массе от 10 до 20	—	0,05;
» » от 5 до 10	—	0,02;
» » от 1 до 5	—	0,005;
» » от 0,25 до 1,0	—	0,001;
» » от 0,1 до 0,25	—	0,0005.

Максимальная масса для анализа — 20 г.

9.2 Подготовка раствора для испытания

В стакан со взвешенной пробой наливают 120 см³ растворителя для титрования (5.7), помещают стакан (6.6) на титровальный штатив (6.7) и перемешивают раствор (6.4) до тех пор, пока проба не растворится.

Примечание — Если проба растворяется с трудом, то следует ее предварительно растворить в 80 см³ хлорбензола (5.3) в стакане для титрования, затем добавить 40 см³ ледяной уксусной кислоты (5.1).

Следует учесть, что многие отработанные масла содержат твердые нерастворимые вещества.

9.3 Подготовка аппаратуры

Электроды подготавливают, как указано в 8.1—8.3. Электроды помещают в раствор как можно глубже. В течение испытания раствор постоянно и интенсивно перемешивают, не допуская разбрызгивания и попадания воздуха в раствор.

Потенциометр регулируют таким образом, чтобы он давал показания в верхней части шкалы, например 700 мВ.

Для простых приборов, не имеющих такой регулировки, следует включать источник напряжения последовательно с электродом. Можно использовать сухой элемент 1,5 В и трансформатор.

Бюретку (6.5) наполняют стандартным уксуснокислым раствором хлорной кислоты (5.8) и закрепляют в штативе для титрования таким образом, чтобы кончик бюретки был погружен ниже уровня поверхности жидкости в химическом стакане (6.6). Затем регистрируют начальные показания бюретки и потенциометра.

9.4 Проведение титрования

9.4.1 Ручное титрование

Титруют стандартным уксуснокислым раствором хлорной кислоты (5.8), добавляя его небольшими порциями. После каждого добавления необходимо подождать до установления постоянного потенциала в ячейке для титрования, т. е. до момента, когда скорость изменения потенциала в ячейке будет меньше 0,005 В/мин, после чего необходимо зарегистрировать показания бюретки и потенциометра. В процессе титрования, если от добавления 0,1 см³ титранта потенциал изменяется более чем на 0,03 В (соответствующим 0,5 pH единиц шкалы), добавляют по объему стандартный уксуснокислый раствор хлорной кислоты порциями по 0,05 см³.

В промежутках, если от добавления 0,1 см³ титранта потенциал изменяется менее чем на 0,03 В, добавляют стандартный уксуснокис-

лый раствор хлорной кислоты порциями, чтобы изменить общий потенциал не более чем на 0,03 В.

Титрование прекращают, когда добавление 0,1 см³ стандартного уксуснокислого раствора хлорной кислоты изменяет потенциал менее чем на 0,005 В.

9.4.2 Титрование с автоматической записью результатов

Необходимо отрегулировать прибор в соответствии с инструкциями изготовителя и установить скорость титрования не более 1,0 см³/мин.

9.5 Очистка частей аппарата

По окончании титрования снимают стакан и промывают электроды и кончик бюретки растворителем для титрования (5.7), затем водой и снова растворителем.

В нерабочем состоянии электроды необходимо хранить в воде.

9.6 Контрольное испытание

9.6.1 Ручное титрование

Для каждои партии растворителя проводят контрольное титрование, оттитровывая 120 см³ растворителя для титрования. К растворителю добавляют стандартный уксуснокислый раствор хлорной кислоты (5.8) по 0,05 см³. После каждого добавления необходимо подождать, пока не установится постоянный потенциал в ячейке для титрования (9.4.1). После каждого добавления регистрируют показания потенциометра и бюретки.

9.6.2 Титрование с автоматической записью результатов

Для каждой серии проб проводят контрольное титрование, оттитровывая 120 см³ растворителя для титрования (5.7).

Испытания проводят по 9.4.2.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

10.1 По результатам ручного титрования строят график, откладывая значения объемов добавляемой кислоты в зависимости от соответствующих показаний потенциометра.

10.2 Конечную точку определяют по графику, построенному по результатам ручного или автоматического титрования. Конечная точка является средней точкой изгиба, т. е. точкой, от которой вогнутая кривая изменяется в выпуклую.

Конечную точку можно определять другим способом, когда при титровании 1 см³ титранта потенциал изменяется на 50 мВ.

10.3 Если точки изгиба нет или она очень слабо выражена, титрование проводят согласно разделу 11. Точка изгиба, полученная обратным титрованием, должна соответствовать требованиям 10.2.

10.4 Общее щелочное число *TBN* в миллиграммах КОН на 1 г пробы рассчитывают по формуле

$$TBN = \frac{(V_4 - V_3)T_0 \times 56{,}1}{m}, \qquad (4)$$

где V_3 — объем стандартного уксуснокислого раствора (5.8) хлорной кислоты, израсходованный на титрование контрольного раствора (9.6) до точки изгиба на кривой титрования, см³;

V_4 — объем стандартного уксуснокислого раствора хлорной кислоты (5.8), израсходованный на титрование испытуемой массы до точки изгиба на кривой титрования, см³;

T_0 — титр стандартного уксуснокислого раствора хлорной кислоты (5.8), как определено по уравнению (1);

m — масса испытуемой пробы, г.

10.5 Содержание щелочи в миллиэквивалентах гидроокиси калия на 1 г пробы рассчитывают по формуле

$$\frac{(V_4 - V_3) \times T_0}{m}, \qquad (5)$$

где T_0, V_3, V_4 и m определяют по (4).

11 ОБРАТНОЕ ТИТРОВАНИЕ

11.1 Если при применении описанного выше метода некоторые отработанные масла не дают четкой точки изгиба или она слабо выражена, то избыток стандартного уксуснокислого раствора хлорной кислоты добавляют к испытуемой массе и подвергают обратному титрованию раствором ацетата натрия в уксусной кислоте (5.9).

11.2 Количество испытуемой массы взвешивают с точностью, установленной в соответствии с 9.1, и переносят в химический стакан (6.6).

Примечание — Масса испытуемого образца для обратного титрования не должна превышать 5 г. Если в результате не получится точки изгиба, то испытуемую массу уменьшают до 3 г и повторяют испытание.

11.3 Испытуемую массу растворяют в 80 см³ хлорбензола (5.3) (см. примечание к 9.2) и добавляют 40 см³ ледяной уксусной кислоты (5.1).

11.4 Чтобы перенести в стакан 8,00 см³ стандартного раствора

хлорной кислоты в уксусной кислоте, используют бюретку или пипетку. Этот раствор должен быть в избытке. Если необходимо, добавляют более 8 см³ и соответственно нейтрализуют (11.7).

11.5 В течение 2 мин перемешивают содержимое стакана.

11.6 Титруют стандартный уксуснокислый раствор хлорной кислоты стандартным раствором ацетата натрия в уксусной кислоте. Титрование проводят, как описано в разд. 9. При обратном титровании начальная точка должна быть в диапазоне 0 — 100 мВ.

11.7 Вместо взвешивания отдельной массы для испытания по 11.6 можно провести обратное титрование на массе, титруемой по 9.1—9.4.2 при условии, что испытуемая масса не превысит 5 г (см. примечание к 11.2) или если при титровании по 9.1—9.4.2 не получают хорошо выраженной точки перегиба.

11.8 Общее щелочное число *TBN* в миллиграммах КОН на 1 г пробы при обратном титровании вычисляют по формуле

$$TBN = \frac{(V_2 - V_5)T_1 \times 56,1}{m}, \qquad (6)$$

где T_1 и V_2 — определяются по (2);

V_5 — объем стандартного раствора ацетата натрия в уксусной кислоте, израсходованный на титрование, см³;

m — масса испытуемой пробы, г.

11.9 Содержание основания в миллиэквивалентах гидроокиси на грамм рассчитывают по формуле

$$\frac{(V_2 - V_5) \times T_1}{m}, \qquad (7)$$

где T_1, V_2, V_5 и m определяют по формуле (6).

12 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

12.1 Сходимость

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на идентичном исследуемом материале и на одной и той же аппаратуре, не должно превышать среднее общее щелочное число более одного случая из 20 (табл. 2).

Таблица 2

TBN, мг КОН/г	Сходимость, %
Свежие масла и присадки:	
ниже 59,9	5
выше 59,9	3
Отработанные масла:	
прямое титрование	5
обратное титрование	24

12.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальной и правильной эксплуатации метода исследования, не должно превышать среднее общее щелочное число более одного случая из 20 (табл. 3).

Таблица 3

TBN, мг КОН/г	Воспроизводимость, %
Свежие масла и присадки:	
ниже 59,9	6
выше 59,9	4
Отработанные масла:	
прямое титрование	15
обратное титрование	32

Примечание — Во время разработки настоящего метода было проведено одновременное испытание в эксплуатационных условиях различных масел, присадок, используемых для приготовления этих масел. Однако определить общее щелочное число всех указанных продуктов не представляется возможным.

Предполагается, что применяемая интерполяция и экстраполяция из использованного ряда испытанных продуктов не внесет серьезных ошибок в точность определения общего щелочного числа.

Диапазон значений общего щелочного числа, для которых установлены вышеупомянутые точности:

свежие масла — от 5,5 до 13,5;

присадки — от 60 до 99;

отработанные масла, на которых проводили прямое титрование, — — от 3,8 до 11,0;

отработанные масла, которые требовали обратного титрования, — — от 2,9 до 4,4.

13 ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Результат записывают как общее щелочное число, полученное при применении прямого или обратного титрования, со ссылкой на настоящий стандарт.

УДК 665.6/7:543.257.1 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: нефтепродукты, щелочное число, потенциометрическое титрование, хлорная кислота

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Власова*
Корректор *Р. А. Ментова*
Оператор *А. Г. Хоменко*

Сдано в набор 20.12.94. Подписано в печать 19.01.95. Усл. печ. л. 1,16. Усл. кр.-отт 1.16.
Уч.-изд. л. 0.95. Тираж 583 экз. С 2029. Зак. 2608.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.

ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru