



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Стандартные методы определения щелочного числа посредством потенциометрического титрования соляной кислоты

СТ РК АСТМ Д 4739–2011

*(АСТМ Д 4739-08 Стандартные методы определения щелочного числа
посредством потенциометрического титрования соляной кислоты, IDT)*

Издание официальное

Данный национальный стандарт разработан РГП КазИнСт
на основании АСТМ D 4739-08 «Standard Test Method for Gage
Vapor Pressure of Liquefied Petroleum (LP) Gases (LP-Gas Method)»,
авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, РА 19428, США.
Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий
Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии», Техническим комитетом по стандартизации ТК 69 «Инновационные технологии инфраструктуры»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 17 ноября 2011 г. № 623-од

3 Настоящий стандарт является идентичным по отношению к международному стандарту ASTM 4739-08 «Стандартные методы определения щелочного числа посредством потенциометрического титрования соляной кислоты»

Перевод с английского языка (en)

Степень соответствия – идентичная, IDT

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2016 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без решения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Стандартные методы определения щелочного числа посредством
потенциометрического титрования соляной кислоты**

Дата введения 2012-07-01

1 Область применения

1.1 Данный метод испытаний охватывает процедуру определения щелочных составляющих в нефтепродуктах, новых и использованных смазочных материалах. Данный метод испытаний собирает составляющие в группы, имеющие свойства слабой и сильной ионизации, при условии, константы диссоциации сильнее основных соединений в 1000 раз, чем у слабых групп. Данный метод испытаний охватывает до 250 щелочных чисел.

1.2 В новых и использованных смазочных материалах, составляющие, обладают щелочными свойствами и делятся на органические и неорганические, в том числе аминокислотные соединения. В данном методе испытаний используют соляную кислоту в качестве титранта, в то время как в методе испытаний D 2896 используют хлорную кислоту в качестве титранта. Есть вероятность, что данный метод испытаний может титровать эти слабые щелочи, и, если да, то он будет титровать их в меньшей степени завершения; некоторые добавки, такие как ингибиторы или моющие средства могут выявить основные характеристики.

1.3 При тестировании использованных моторных масел, следует признать, что некоторые слабые щелочи являются результатом эксплуатации.

Данный тест может быть использован для обозначения относительных изменений, которые происходят в масле во время работы в условиях окисления или других условий, независимо от цвета или других свойств полученного масла. Полученные значения предназначены для сравнения с другими значениями, полученными лишь с использованием этого метода испытания; щелочные числа, полученные этим методом испытания не должны сравниваться со значениями, полученными в результате других методов испытаний.

Хотя анализ производится при определенных условиях, этот метод не заканчивается отчетом об основных свойствах, которые могут быть использованы при всех условиях эксплуатации для прогнозирования поведения масла; например, нет никакого отношения между коррозией подшипников или контроля коррозионного износа в двигателе и щелочными числами.

СТ РК АСТМ Д 4739–2011

1.4 Данный метод испытаний был разработан в качестве альтернативы для предыдущих щелочных чисел Метода испытания D 664 (последний раз опубликована в Методе испытания D 664-81).

1.4.1 Колориметрические методы испытаний для щелочного числа - Метод испытания D 974, IP 139, и на 5102,1 на кислотное и щелочное число с помощью извлечения (цветной индикатор титрования).

Результаты тестирования с помощью этих методов, возможно, не будут численно эквивалентны этому методу испытания.

1.5 Значения, указанные в системе SI, должны рассматриваться как стандарт. Никакие другие единицы измерения не включены в этот стандарт.

1.6 Этот стандарт не имеет цели решения всех проблем безопасности, если таковые имеются, связанные с его использованием. Данная ответственность ложится на пользователя данного стандарта, который должен обеспечить безопасную среду и определить применимость нормативных ограничений до использования.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан

ASTM D 86 *Метод проверки для дистилляции нефтепродуктов в атмосферном давлении

ASTM D 1193*Спецификация для реактива воды

ASTM D 664* Метод испытаний кислотного числа нефтепродуктов методом потенциометрического титрования

ASTM D 974* Метод испытаний кислотного и щелочного числа титрованием цветового индикатора

ASTM D 1193* Спецификация для реагента воды

ASTM D 2896* Метод испытания для щелочного числа нефтяных продуктов методом потенциометрического титрования хлорной кислотой

ASTM D 4057* Практика для ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов

ASTM D 4177* Практика для автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов

IP 139* Нефтепродукты и смазочные материалы - Определение кислотного и щелочного числа – Метод цветового индикаторного титрования

ASTM D 4057* Технология для ручной выборки нефти

** применяется в соответствии с СТ РК 1.9*

3 Краткое описание метода проверки

3.1 Образец растворяют в смеси толуол, пропан-2-ol (изопропиловый спирт), хлороформ, и небольшое количество воды и титруют потенциометрическим методом с алкогольным раствором соляной кислоты.

Результаты тестирования этой процедуры получены путем титрования фиксированного увеличения и фиксированным добавлением времени титранта.

Конечная точка выбирается из кривой титрования в соответствии с критериями, приведенными в разделе 12, и используется для расчета щелочного числа

4 Значение и использование

4.1 Органические разновидности хлорида потенциально разрушают процесс переработки. Соляная кислота может быть произведена в гидрообрабатываемых или перерабатываемых реакторах и кислота накапливается в области конденсирования перерабатывающего предприятия.

Неожиданные концентрации органических хлоридов не могут быть эффективно нейтрализованы и могут нанести вред. Органические хлориды, как известно, не присутствуют в сырой нефти и обычно получают при очистительных действиях при производстве буровых площадок, трубопроводов, или резервуаров. Для нефтедобывающей промышленности важно иметь общепринятые методики, подходящие для определения органических хлоридов в сырой нефти, особенно когда включена передача хранения.

5 Вмешательства

5.1 Новые и использованные нефтепродукты содержат щелочные составляющие, которые присутствуют в добавках. Относительное количество этих материалов может быть определено путем титрования с кислотами. Щелочное число является мерой количества щелочных веществ в масле всегда в условиях испытания. Это иногда используется как мера деградации смазки в процессе эксплуатации. Однако любой не принятый лимит должен быть эмпирически установлен.

5.2 Как указано в 1.2, этот тест метод использует слабые кислоты для титрования щелочи, чем Метод испытания D 2896, и растворители также различны. Метод испытания D 2896 использует сильные кислоты и более полярную систему растворителей, чем Метод испытания D 4739.

В результате испытаний, методика D 2896 будет титровать соли слабых кислот (мыла), щелочные соли многокислотной щелочи, и слабые щелочные

соли некоторых металлов. Они не защищают масло из кислотных компонентов из-за деградации масла. Этот метод испытаний может привести к ложному увеличению щелочного числа. Метод испытания D 4739, вероятно, не будет титровать эти слабые щелочи, но, если это так, будет титровать их в меньшей степени завершенности. Он измеряет только щелочные компоненты комплекса присадок, который нейтрализуют кислоты.

С другой стороны, если комплекс присадок содержит слабые щелочные компоненты, которые не играют большой роли в нейтрализации кислотных компонентов деградирующего масла, то результат метода испытаний D 4739 может быть неверно заниженными.

5.3 Особое внимание требуется в интерпретации щелочного числа новых и использованных смазочных материалов.

5.3.1 Когда требуется щелочное число нового масла как выражение в его производственного качества, испытания по методике D 2896 является предпочтительным, так как известно, для титрования слабых щелочей, что этот метод испытания возможно может титровать надежно.

5.3.2 Когда требуется щелочное число масла в эксплуатации или в перспективе, этот тест метод является более предпочтительным, поскольку во многих случаях, особенно для двигателей внутреннего сгорания, возможен слабый щелочной распад продукта. Метод испытания D 2896 будет титровать, таким образом, давая ложные значения основной щелочности. Этот метод испытаний, титрует эти слабые кислоты.

5.3.3 При потере щелочного числа, при эксплуатации, этот метод является более предпочтительным и все значения, в том числе неиспользованного масла должны определяться этим методом. Щелочные числа, полученные одним методом испытания не должны быть связаны с другими щелочными числами, полученными при помощи другого метода испытания.

D 2896.5.3.4 В ASTM Межлабораторной Программе для новых и поддержанных смазочных материалов, исторически Метод испытания D 2896 дает более высокое значение щелочного числа.

6 Аппарат

6.1 Потенциометрическое титрование, автоматическое или ручное, с возможностью добавления титрирующего раствора через определенные промежутки времени (Приложение A1).

6.1.1 Титрометр должен автоматически (или вручную) контролировать скорость добавления титрирующего раствора следующим образом:

Добавление титрирующего раствора будет носить поэтапный характер; после добавления точно 0,100 мл, (6.1.2), добавление прекращается и до следующего добавления в 0,100 мл должно пройти не менее 90 сек. Эта процедура повторяется до завершения титрования.

6.1.2 Точность добавления 0,100-мл титрирующего раствора должна быть поэтапной для автоматического титратора $\pm 0,001$ мл. Для ручной бюретки, точность должна быть $\pm 0,005$ мл. Большее увеличение необходимо для автоматической бюретки, так как общий объем до конечной точки суммируется из отдельных ступеней увеличения, он читается из масштаба с ручной бюретки.

6.2 Зонд, стандартный pH со стеклянной мембраной, подходит для неводного титрования.

6.3 Контрольный электрод, серебро / хлорид серебра (Ag / AgCl) электродом с клапаном соединения, наполненный 1 до 3 м LiCl в этаноле.

6.3.1 Комбинированный электрод - зондированные электроды имеют Ag / AgCl, контрольный электрод встроен в тот же электрод, который предлагает удобство работы с использованием только одного электрода.

Комбинированный электрод имеет клапаны соединения и должен использовать инертные электролиты этанола, например, от 1 до 3 М LiCl в этаноле. В ссылочных отсеках, часть зонда должна использовать стекло мембраны предназначенную для неводного титрования. Эти комбинированные электроды должны иметь идентичную реакцию, с двойной системой электродов. Они должны иметь съемные клапаны для легкой промывки и добавления электролита.

Внимание – если подвижная часть клапана является частью системы электродов, убедитесь, что клапан не поврежден перед каждым титрованием.

6.4 Требуется Мешалка, Бюретка, Стенд, емкость для титрования, как указано в Приложение A1.

7 Реагенты

7.1 Чистота реагентов – чистые химические вещества должны быть использованы во всех тестах. Если не указано иное, предполагается, что все реагенты должны соответствовать спецификации Комитета по Аналитическим Реагентам Американского химического общества, там, где такие спецификации являются доступными⁵. Другие сорта могут быть использованы при условии, что реагент достаточно высокой чистоты, позволяющий использовать его без уменьшения точности определения.

7.2 Чистота воды - чистая вода должна соответствовать требованию любого из типа I, II, III из спецификации

D 1193.7.3 Буфер, водосодержащая кислота - технический буферный раствор pH 3 с допущением $\pm 0,02$ pH ед. при 25 ° C. Эта смесь, должна быть заменена на регулярной основе в соответствии с ее устойчивостью или когда есть подозрение загрязнения. Информация, связанная с устойчивостью

должна быть получена у производителя.

7.4 Буфера, водосодержащая щелочь - технический буферный раствор рН 10 с допущением $\pm 0,02$ рН ед. при 25°C . Эта смесь, должна быть заменена на регулярной основе в соответствии с ее устойчивостью или когда есть подозрение загрязнения. Информация, связанная с устойчивостью должна быть получена у производителя.

7.5 Хлороформ – х.ч. (**Внимание** - токсичен и возможно содержит канцероген.)

7.6 Раствор соляной кислоты, алкогольные (0,1 М) - смесь 9 мл х.ч. соляной кислоты (HCl , гр. 1.19) (**Внимание** - токсичные и едкие), с 1 л безводного изопропилового спирта. Достаточно титровать раствор, чтобы обнаружить изменения в 0,0005 потенциометрическим титрованием около 8 мл (точно измерить) 0,1 М спиртового раствора KOH разбавленного с 125 мл CO_2 (не содержащей воды).

7.7 Этанол – (**Внимание** - огнеопасен и токсичен, особенно когда денатурирован).

7.8 Электролит хлорида лития - Подготовьте раствор из от 1 до 3 М

7.9 Гидроксид калия - (**Внимание** - вызывает сильные ожоги.)

7.10 Раствор гидроксида калия, стандартный содержащий алкоголь (0,1 М) - Добавьте 6 г х.ч. гидроксида калия (KOH) (**Внимание** - являются токсичными и едкими), примерно 1 л безводного изопропилового спирта.

Кипятить на медленном огне 10 минут, чтобы получить раствор.

Оставьте раствор на 2 дня, а затем отфильтруйте недостающую жидкость через мелкую воронку спеченного стекла. Храните раствор в химически стойких бутылках. Распределите таким образом, что бы раствор был защищен от атмосферного углекислого газа (CO_2) с помощью защитной трубки, содержащую натронную известь или неволоконный силикатный абсорбент, такой, что бы он не вступал в контакт с пробкой, резиной, или омыляемого запорного крана смазки. Титровать раствор часто достаточно, чтобы обнаружить изменения в 0,0005 потенциометрическим титрованием взвешенного количества кислоты калия фталата растворенного в CO_2 без содержания воды.

7.11 Пропан-2-ол (изопропиловый спирт) – не содержащий воды, (менее 0,1% H_2O). (**Внимание** - огнеопасно). Если сухие реагенты не могут быть приобретены, высушите его перегоняя через несколько столбцов пластины, отбрасывая первые 5% от материала дистилляции и использования более 95% оставшегося. Кроме того, сушка может быть достигнута с использованием молекулярных сит, передавая растворителя вверх через молекулярные сита колонки, используя одну часть молекулярного сита на десять частей растворителя. (**Внимание** - пропан-2-ол может содержать пероксиды). Когда это происходит, возможна взрывоопасность.

7.12 Технические растворы могут быть использованы вместо лабораторной подготовки при условии, что растворы были сертифицированы в качестве эквивалента.

7.13 Альтернативные объемы раствора могут быть получены притом, что конечный раствор будет эквивалентен.

7.14 Толуол – х.ч. (**Внимание** чрезвычайно огнеопасен).

7.15 Титрованный растворитель - в коричневую бутылку реагента, добавьте 30 мл воды к 1 л изопропилового спирта, и тщательно перемешайте. Добавить по 1 л толуола и хлороформа и тщательно перемешать.

8 Подготовка электродной системы

8.1 Обслуживание и хранение электродов – тщательная чистка электродов, содержание матового стекла отдельно от инородных предметов, и регулярное тестирование электродов являются очень важными факторами в получении повторяемого потенциала, так как загрязнение может ввести неопределенное хаотичное и незаметные жидкие потенциалы. Хотя это имеет второстепенное значение, когда конечные точки выбираются из точек перегиба кривой титрования, это может быть очень важно, когда конечные точки выбираются из экспериментальных определенных потенциалов как указано в процедуре.

8.1.1 Очистите электрод определяющий рН или саму часть определяющую рН через определенные промежутки времени на основе использования и типа анализируемого образца, погружаемого в не содержащую хрома, сильно окислительный очистительный раствор. Электрод должен быть очищен периодически во время использования или когда устанавливается новый электрод. Сливайте электролит LiCl с электрода, по крайней мере один раз в неделю, и заполняйте полностью свежими электролитом LiCl. Убедитесь, что в жидкости электрода нет воздушных пузырьков. Если наблюдаются пузырьки воздуха, удерживая электрод в вертикальном положении, осторожно коснитесь его что бы выпустить пузырьки. Поддерживайте уровень электролита в электроде выше, чем уровень жидкости в лабораторном стакане титрования все времена.

8.1.2 В то время когда вы его используете, погрузите нижние половинки электроды либо в воду (зондирование) или LiCl в электролит изопропилового спирта. (Не допускайте, чтобы они оставались погруженными в растворитель титрования не важно на какой период времени между титрованием). Хотя электроды не являются очень хрупкими, всегда обращайтесь с ними аккуратно.

8.1.3 Срок службы электрода - как правило, использование электрода ограничено от 3 до 6 месяцев, в зависимости от использования. Электроды

СТ РК АСТМ Д 4739–2011

имеют ограниченный срок годности и должны быть проверены перед использованием (8.3).

8.2 Подготовка электродов:

8.2.1 Если Ag / AgCl контрольный электрод используется для титрования и не содержит электролита от 1 до 3 М LiCl в этаноле, следует заменить электролит. Слейте электролит из электрода, смойте всю соль (если имеется) при помощи воды, а затем промойте этанолом. Промойте несколько раз при помощи LiCl раствора электролита. И наконец, замените трубку и заполните заливное отверстие электрода электролитом LiCl. При замене трубки, убедитесь, что имеется свободный поток электролита в системе. Комбинированный электрод должен быть подготовлен в том же порядке. Электролит в комбинированном электроде может быть удален с помощью вакуумного всасывания.

8.2.2 До начала каждого титрования, смочите подготовленные электроды в воде, pH 4,5 - 5,5 подкисленные соляной кислотой, как минимум 5 мин. Промойте электрод пропаном -2-01 непосредственно перед употреблением, а затем с титрованным растворителем.

8.3 Тестирование электродов - Приложение X2, процедура проверки работы электрода.

9 Стандартизация Аппарата

9.1 Показатели счетчиков для водных буферных растворов - убедитесь в сопоставимости выбора конечной точки, когда определенные точки перегиба не воспроизведены в кривой титрования. Для каждой пары электродов, определите показания счетчиков, полученных при помощи водно-кислотного буферного раствора, которые будут использоваться для определения щелочного числа и определение сильного щелочного числа при помощи водно-щелочного буферного раствора.

9.2 Подготовить электроды, как описано в 8.2, погрузить их в соответствующий водный раствор буфера, и помешивать как минимум 2 мин, поддерживая температуру буферного раствора в пределах 2 ° C, при которой должно быть проведено титрование. Узнайте напряжение на ячейке детектора. Показатели, полученные от кислотный буферного раствора берутся как конечная точка для щелочного числа, если перегиба не наблюдается, как указано в 12.1, и показатели, полученные от щелочного буферного раствора берутся как конечная точка для сильных щелочных номеров.

10 Подготовка образца отработанного масла

10.1 Строгое соблюдение процедуры отбора образцов, необходимо, так как осадок сам является кислотным или щелочным, и может поглотить

кислотные или щелочные материалы образца. Неспособность получения репрезентативного образца приводит к серьезным ошибкам.

10.1.1 При необходимости, обратитесь к практике D 4057 (ручной выборки), либо практике D 4177 (Автоматический отбор проб) для правильного отбора проб.

10.1.2 При взятии проб использованного смазочного материала, образец должен представлять систему образцов и не должен быть загрязнен от внешних источников. Тестируйте образцы как можно скорее после изъятия из смазочной системы, и обратите внимание на даты отбора проб и тестирования.

10.2 Нагрейте образец (Примечание 1) отработанного масла до $60 \pm 5^\circ \text{C}$ в первоначальной емкости, и перемешивайте образец пока весь осадок не станет однородным. Если изначальная емкость является металлической или стеклянной, и более чем на три четверти заполнена, перелейте весь образец в чистую стеклянную бутылку вместимостью, по крайней мере, одна треть больше, чем объем образца. Перелейте, все отложения из изначальной емкости в бутылку, интенсивно перемешивая.

10.3 По завершению, расположите образец через 100-сито для удаления крупных частиц.

ПРИМЕЧАНИЕ 1- Когда образцы визуальнo содержат осадки, процедура нагрева может быть опущена.

11 Процедура для щелочного числа и сильного щелочного числа.

11.1 Рассчитать количество образцов, необходимых для его ожидаемого щелочного номера следует таким образом:

$$A = 7 / E$$

(1) где:

A = приблизительная масса образца (г), и E = ожидаемое число щелочи

11.1.1 Возьмите максимум 5 г и минимум 0,1 г для анализа. Точность взвешивания заключается в следующем:

Размер Образца, (г) Точность взвешивания, (г) 1-5 0.0050.1-10.00211.2

В подходящую емкость титрования, положите взвешенное количество образца в соответствии с предписаниями 11.1.1, и добавьте 75 мл растворителя титрования. Если 75 мл растворителя не является достаточным для покрытия электродов, добавьте дополнительный растворитель.

Убедитесь, что электроды правильно погружены в раствор.

Подготовьте электроды, как указано в 8.2. Поместите стакан или сосуд для титрования и откорректируйте позицию так, что бы электроды были погружены на половину. Начинайте мешать, и мешайте до получения интенсивного перемешивания без разбрызгивания и без перемешивания воздуха с раствором.

11.3 Выберите и заполните подходящую бюретку с 0,1 М спиртового раствора HCl, и поставьте бюретку на стойку в положении для титрования, принимая во внимание, что кончик погружается в жидкости в сосуд для титрования около 25 мм. Запишите начальную бюретку и снимайте показания счетчика.

11.4 Титрование- реакции соляной кислоты с щелочными компонентами очень медленная для большинства титрований для щелочных чисел. Из-за этого, условия титрования четко определены и должны строго соблюдаться для достижения точности.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Для лучшей точности титрования, если кончик титранта не используется 30 минут, то лучше, очистить кончик, освободив емкость на несколько миллилитров титранта перед началом титрования.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Приложение X1 по техники сокращения время титрования образца. Методы предварительного дозирования были найдены для удовлетворительного результата, хотя точность использования этих методов еще не определена.

11.4.1 Осуществляется ли титрование вручную или автоматически, следующие процедуры фиксированного приращения, фиксированное время добавления титранта должны соблюдаться. Добавьте 0,1 М HCl, увеличивая на 0,100 мл во время всего титрования, с паузой в 90 сек. между каждым увеличением. Снимайте показания милливольта в конце каждого интервала в 90сек.

11.4.1.1 Показания разности потенциалов приводятся вручную или автоматически с соответствующими объемами титранта, и в конечном счете берутся, как описано в 12.1.

11.4.2 По окончании титрования, уберите емкость для титрования и промойте электроды и кончик бюретки титрованным растворителем, затем водой, затем снова титрованным растворителем. (Замочите электроды в дистиллированной воде в течение не менее 5 минут, прежде чем использовать для другого титрования.) Храните зонд в деионизированной или дистиллированной воде, контрольные электроды в насыщенном растворе LiCl в изопропиловом спирте, когда он не используется (8.1).

11.4.3 Запаска - Для каждого набора образцов, сделайте запасы с таким же объемом титрованного растворителя, используемого для образца. Для запаса щелочного числа, добавьте 0,1 М спиртового раствора соляной кислоты с последующим добавлением в 0,01-мл, с 12 сек перерывом, пока потенциал, который составляет 100 мВ, превосходит потенциал буфера (11.4) . Для запаса сильных щелочных чисел, добавьте КОН титрант на тех же условиях, пока потенциал не будет соответствовать основному буферному раствору.

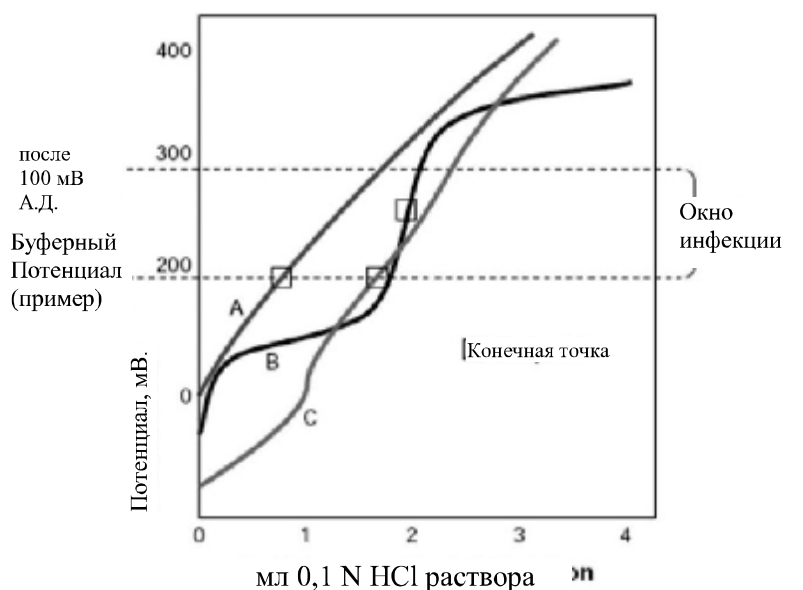
12 Расчет

12.1 если наблюдается перегиб (Примечание 4) потенциалов между рН 3 буферным потенциалом (11.4) и точка 100 мВ превосходит этот потенциал, отметить это перегиб, как конечную точку. Если более чем одна точка перегиба наблюдается, используйте последнюю точку перегиба. Если не возникает четкого перегиба, конечной точкой отметьте ту, что соответствует кислотному водному рН 3 потенциалу буфера. Рис. 1 для примера конечных точек.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 Точка перегиба, как правило, узнаваема, когда по меньшей мере пять последовательных потенциальные изменяются, вызванное постепенным добавлением титранта, показывает следующее:

Титрант, мл	Δ , mV
1.8	8.3
1.9	10.7
2.0	11.3
2.1	10.0
2.2	7.9

Δ максимальное значение должно быть не менее 5 мВ, и разница в Δ между максимальной, а так же первой и последней Δ должна быть не менее 2 мВ.



(А) Кривая титрования не имеет перегибов. Возьмем конечную точку в буферном потенциале.

(В) Кривая титрования имеет четко определенные перегибы в установленной области.

Принять четкие перегибы как конечную точку.

(С) Кривая титрования имеет перегиб до буферного потенциала, но не в установленной области. Возьмем конечную точку в буферном потенциале.

Рис. 1 Пример кривых титрования для иллюстрации выбора конечных точек.

12.2 Рассчитывать щелочное число и сильное щелочное число необходимо следующим образом: Щелочное число, мг КОН / г 5 $[(A-B) \times M \times 56,1] / W$ (2) Сильное щелочное число, мг КОН / г 5 $[(CM + Dm) \times 56,1] / W$ (3) где: A = спиртового раствора HCl, мл, используемые для титрования образца до конечной точки (водной кислотой pH 3 буфера или перегиба - см. 7.3 и 12.1), B = алкогольных HCl, мл, используемые для титрования запасного растворителя, чтобы тот же потенциал, при котором возникают конечные точки образца M = молярности спиртового раствора HCl, W = образец, г, C = спиртового раствора HCl, мл, используемые для титрования образца до конечной точки, что отражается на счетчике, соответствующей водному основанию буфера pH 10 (см. 7.4 и 12.1), D = спиртовым раствором КОН, мл, используемые для титрования запаса растворителя, чтобы потенциал соответствовал C, им = молярности спиртового раствора КОН.

13 Отчет

13.1 Доклад результатов щелочных чисел и сильных щелочных чисел, Метод испытания D 4739.

14 Проверка качества управления.

14.1 Подтверждение эффективности процедуры испытания на основе анализа контроля качества (КК) образца, по возможности, анализируется.

14.2 До мониторинга процесса измерения, пользователю этого метода испытаний необходимо определить среднее значение и пределы контроля КК образца.

14.3 Записать результаты КК и проанализировать с помощью таблиц или другой техники чтобы установить статистический контроль всего процесса тестирования. Необходимо выявить причины, если какие-либо данные вышли из-под контроля. Результаты этого исследования могут, отразиться на результате калибровки инструмента.

14.4 Частота испытаний КК зависит от важности качества, продемонстрированной стабильности процесса тестирования, а также требование клиента. Как правило, образец КК должен быть проанализирован каждый день.

Частота КК должна быть увеличена, если количество образцов регулярно увеличивается. Однако когда демонстрируется, что тестирование находится под контролем, частота контроля качества может быть сокращена.

15 Точность и смещения

15.1 - Точность этого метода испытания, как определяется статистической экспертизой результатов по 11 свежим образцам и 6 образцов отработанных масел, проведенная на 14 различных лабораториях выглядит следующим образом:^{6,7}

15.1.1 Щелочное число:

15.1.1.1 Повторяемость - разница между двумя результатами, полученные одним и тем же с тем же оператором, аппаратом и условиях, работающих на идентичном анализируемом материале, будет, в конечном счете сводится к нормальной и правильной работы методе испытания, превышая следующие значения только в одном случае из двадцати:

Свежие масла и присадки: $r = 0,11 (X+0,0268)^{0,79}$

Отработанные масла: $r = 0,22 X^{0,47}$

15.1.1.2 Воспроизводимость - разница между двумя разными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном анализируемом материале, будет, в конечном счете сводится к нормальной и правильной работе метода испытания, превышая следующие значения только в одном случае из двадцати:

Свежие масла и присадки: $R = (0,42 (X+ 0,0268))^{0,79}$

Отработанные масла: $R = 1,53 X^{0,47}$

15.1.1.3 X средний из двух или более результатов, в мг, КОН / г.

15.1.2 Сильное щелочное число - точные данные не были разработаны для сильного щелочного числа по причине его редкого наличия.

15.2 Смещение – смещение в данном случае неприменимо, так как справочные материалы для этого свойства не доступны.

16 Ключевые слова

16.1 Щелочное число; смазочные материалы; нефтепродукты; потенциометрическое титрование.

⁶ Вспомогательные данные имеются в ASTM Интернешнл штаб-квартире и могут быть получены путем запроса RR: D02-1217

⁷ Вспомогательные данные имеются в ASTM Интернешнл штаб-квартире и могут быть получены путем запроса RR.: D02-1638.

УДК 75.080:75.100

МКС 75.080, 75.100

Ключевые слова: Щелочное число; смазочные материалы; нефтепродукты; потенциометрическое титрование.
