

## НЕФТЕПРОДУКТЫ И СМАЗОЧНЫЕ МАСЛА

Определение числа нейтрализации методом  
цветного индикаторного титрованияГОСТ  
29255—91Petroleum products and lubricating oils.  
Neutralization number. Colour indicator titration method

(ИСО 6618—87)

МКС 75.080  
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.93

## 1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотных и щелочных соединений в нефтепродуктах и смазочных маслах, растворимых или почти растворимых в смесях толуола и изопропилового спирта. Метод применим для определения кислот и щелочей, степень диссоциации которых более  $10^{-9}$ . Слабые кислоты и щелочи, степень диссоциации которых менее  $10^{-9}$ , не обнаруживаются. Соли вступают в реакцию, если степень диссоциации более  $10^{-9}$ .

## Примечания:

1. Предполагают, что наличие в базовых и отработанных маслах органических и неорганических кислот, эфиров, фенольных соединений, лактонов, смолистых соединений, солей тяжелых металлов и присадок, таких как ингибиторы и детергенты, придает им кислотные свойства, а наличие органических и неорганических оснований, аминокислот, солей слабых кислот (мыл), солей тяжелых металлов и присадок (ингибиторов и детергентов) — основные свойства.
2. Этот метод не пригоден для определения основных компонентов во многих смазочных маслах с щелочными присадками. Для этой цели следует применять ГОСТ 11362.

Этот метод применяют для определения относительных изменений, происходящих в масле в условиях окисления.

Метод не позволяет определять количество кислотных и щелочных веществ и используется для характеристики масла в условиях эксплуатации. Зависимость между коррозионными свойствами и значениями кислотных и щелочных чисел отсутствует.

Примечание. Этим методом невозможно анализировать многие смазочно-охлаждающие жидкости, масла, предохраняющие от коррозии, аналогичные компаундированные масла или темные масла ввиду невозможности точно установить конечную точку титрования с цветным индикатором; их анализируют по ГОСТ 11362.

Кислотные и щелочные числа, полученные по этому методу с применением цветного индикатора, могут быть равны или нет значениям кислотных и щелочных чисел, полученным по ГОСТ 11362, но обычно они одного и того же порядка.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, приведены в приложении 3.

## 2. ССЫЛКА

ГОСТ 11362—96 (ИСО 6619—88) Нефтепродукты и смазочные материалы. Число нейтрализации. Метод потенциометрического титрования

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

3.1. **Кислотное число** — количество щелочи в миллиграммах гидроокиси калия, требующееся для нейтрализации всех кислотных компонентов, присутствующих в 1 г образца в указанных условиях.

3.2. **Кислотное число сильных кислот** — количество щелочи в миллиграммах гидроокиси калия, требующееся для нейтрализации сильных кислот, присутствующих в 1 г образца в указанных условиях.

3.3. **Щелочное число сильных оснований** — количество кислоты в миллиграммах гидроокиси калия, требующееся для нейтрализации сильных оснований, присутствующих в 1 г образца в указанных условиях.

### 4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

При определении общего кислотного числа и щелочного числа сильных оснований массу продукта растворяют в смеси толуола и изопропилового спирта, содержащей малое количество воды. Полученный однофазный раствор титруют при комнатной температуре стандартным спиртовым раствором щелочи или спиртовым раствором кислоты соответственно до конечной точки, определяемой по изменению окраски добавленного раствора *p*-нафтолбензеина (оранжевая окраска в кислоте и зелено-коричневая в основании).

При определении кислотного числа сильных кислот отдельную массу продукта экстрагируют горячей водой и водный экстракт титруют раствором гидроокиси калия, используя в качестве индикатора метиловый оранжевый.

### 5. РЕАКТИВЫ

Для анализа применяют только химически чистые реактивы и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

#### 5.1. Кислота соляная, стандартный спиртовой раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (приложение 3)

##### 5.1.1. Приготовление

Смешивают 9 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты ( $\rho_{20} = 1,19$  г/см<sup>3</sup>) с 1000 см<sup>3</sup> безводного изопропилового спирта, содержащего менее 0,9 % воды.

##### 5.1.2. Установка титра

Титр устанавливают достаточно часто с целью определения изменений в 0,0005 моль/дм<sup>3</sup> преимущественно электрометрическим титрованием 8 см<sup>3</sup> (точно измеренных) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> спиртового раствора гидроокиси калия (п. 5.4), растворенного в 125 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, не содержащей двуокиси углерода.

#### 5.2. Индикаторный раствор метилового оранжевого (приложение 3)

Растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды 0,1 г метилового оранжевого.

5.3. Индикаторный раствор *p*-нафтолбензеина, удовлетворяющий спецификациям, приведенным в приложениях 1 и 2 (приложение 3).

#### 5.4. Калия гидроокись, стандартный спиртовой раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (приложение 3)

##### 5.4.1. Приготовление

В колбу Эрленмейера вместимостью 2 дм<sup>3</sup> наливают приблизительно 1000 см<sup>3</sup> безводного изопропилового спирта (содержащего менее 0,9 % воды) и добавляют 6 г твердой гидроокиси калия (приложение 3).

Смесь аккуратно кипятят в течение 10—15 мин перемешивая, чтобы предотвратить образование осадка на дне колбы.

Добавляют не менее 2 г гидроокиси бария и снова аккуратно кипятят в течение 5—10 мин (приложение 3).

Охлаждают до комнатной температуры, оставляя в покое в течение нескольких часов, после чего фильтруют через воронку из мелкого спеченного стекла или фарфора (приложение 3).

Необходимо исключить воздействие двуокиси углерода во время фильтрации. Раствор хранят в склянке, стойкой к химическим веществам, не допуская его контакта с корковой, резиновой пробкой или смазочным материалом для запорного крана и предохранительной трубкой с натронной известью или асбестом.

## 5.4.2. Установка титра

Титр устанавливают достаточно часто с целью выявления изменений в  $0,0005 \text{ моль/дм}^3$  в основном по чистому кислому фталевокислному калию в количестве  $0,10\text{--}0,15 \text{ г}$ , взвешенного с погрешностью  $0,0002 \text{ г}$  и растворенного в  $100 \text{ см}^3$  воды, не содержащей двуокси углерода, используя фенолфталеин для определения конечной точки (приложение 3).

## Примечания:

1. Чтобы упростить расчеты, можно изменить стандартные растворы гидроокиси калия и соляной кислоты так, чтобы  $1 \text{ см}^3$  был эквивалентен  $5 \text{ мг}$  гидроокиси калия.

2. Ввиду относительно большого коэффициента кубического расширения органических жидкостей (изопропилового спирта), стандартные спиртовые растворы следует стандартизовать при температурах титрования образца.

## 5.5. Растворитель для титрования

Добавляют  $500 \text{ см}^3$  толуола и  $5 \text{ см}^3$  воды к  $495 \text{ см}^3$  безводного изопропилового спирта.

## 6. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура (приложение 3).

6.1. Бюретка вместимостью  $50 \text{ см}^3$  с ценой деления  $0,1 \text{ см}^3$  или вместимостью  $10 \text{ см}^3$  с ценой деления  $0,05 \text{ см}^3$  (приложение 3).

## 7. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ ОТРАБОТАННОГО МАСЛА

7.1. Необходимо строгое соблюдение процедуры отбора проб, так как осадок является или кислотным, или основным, или адсорбирует кислотное или щелочное вещество из образца. Испытание неподготовленного образца приводит к серьезным ошибкам (приложение 3).

Примечание. Так как отработанное масло может заметно меняться при хранении, испытание образцов следует проводить как можно быстрее после удаления из системы; следует отмечать даты отбора проб и испытания.

7.2. Нагревают пробу отработанного масла до  $(60 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$  в первоначальном контейнере до тех пор, пока весь осадок не будет однородной взвесью в масле. Если первоначальной емкостью является канистра или емкость изготовлена из стекла и наполнена более чем на  $3/4$ , весь образец, энергично перемешивая, переносят порциями в чистую склянку вместимостью не менее чем на  $1/3$  больше объема образца.

Примечание. Нагревание можно исключить в том случае, когда на вид проба без осадка.

7.3. После того как весь осадок станет суспензией, пробу или удобную часть ее фильтруют через сито с размером отверстий  $100 \text{ мш}$  ( $0,149 \text{ мм}$ ) для удаления мехпримесей (приложение 3).

## 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

8.1. В колбу Эрленмейера вместимостью  $250 \text{ см}^3$  помещают массу анализируемого продукта согласно табл. 1. Добавляют  $100 \text{ см}^3$  растворителя для титрования (п. 5.5) и  $0,5 \text{ см}^3$  индикаторного раствора (п. 5.3) и, не закрывая пробкой, взбалтывают круговыми движениями до тех пор, пока масса полностью не растворится в растворителе.

Таблица 1

Масса пробы для испытания

Тип масла	Кислотное число или общее щелочное число	Масса пробы для испытания, г	Точность взвешивания, г
Свежие или светлые масла	До 3	$20 \pm 2$	0,05
	Св. 3 до 25	$2 \pm 0,2$	0,01
	« 25 » 250	$0,2 \pm 0,02$	0,001
Отработанные или темные масла	До 25	$2 \pm 0,2$	0,01
	Св. 25 до 250	$0,2 \pm 0,02$	0,001

Если смесь принимает желто-оранжевую окраску, проводят испытание по п. 8.2.

Если смесь становится зеленой или зелено-черной, проводят испытание по разд. 9.

Для определения числа нейтрализации слабых кислот в светлых маслах допускается проба в 20 г с целью получения более точных результатов.

Чтобы свести к минимуму возможные помехи при титровании масел темного цвета, их масса для испытания ограничивается.

8.2. Титрование проводят при температуре ниже 30 °С. Добавляют порциями раствор гидроксида калия (п. 5.4) и взбалтывают круговыми движениями для расхождения раствора гидроксида калия.

Энергично встряхивают около конечной точки титрования, но избегают растворения в растворителе двуоксида углерода.

В кислых маслах оранжевая окраска меняется на зеленую или зелено-коричневую по достижении конечной точки. Считается, что конечная точка достигнута, если изменение цвета сохраняется в течение 15 с или восстанавливается при добавлении 2 капель раствора соляной кислоты (п. 5.1).

**Примечание.** Чтобы отметить конечную точку титрования темного масла при изменении окраски при добавлении нескольких капель титранта, энергично встряхивают колбу, чтобы моментально получить пену, и наблюдают титрование в свете белой флуоресцентной лампы.

### 8.3. Проведение контрольного опыта

Проводят контрольный опыт, титруя 100 см<sup>3</sup> растворителя и 0,5 см<sup>3</sup> индикаторного раствора, добавляя раствор гидроксида калия порциями в 0,05 или 0,1 см<sup>3</sup>. Записывают количество раствора гидроксида калия, необходимое для получения конечной точки титрования (переход от оранжевой окраски до зеленой).

## 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЩЕЛОЧНОГО ЧИСЛА СИЛЬНЫХ ОСНОВАНИЙ

9.1. Если предполагается, что после добавления индикатора (п. 8.1) растворитель для титрования (п. 5.5), содержащий растворенную массу, принимает зеленую или зеленовато-коричневую окраску, титрование выполняют в соответствии с п. 8.2, используя раствор соляной кислоты (п. 5.1) и титруют до изменения зелено-коричневой окраски в оранжевую.

### 9.2. Проведение контрольного опыта

Проводят контрольное титрование в соответствии с п. 8.3.

**Примечание.** Растворитель для титрования обычно содержит примеси слабых кислот, реагирующих с компонентами сильных кислот. Чтобы скорректировать щелочное число сильных оснований, необходимо определить контрольное число растворителя.

## 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА СИЛЬНЫХ КИСЛОТ

10.1. В делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают приблизительно 25 г представительной массы пробы для испытания, взвешенной с точностью 0,05 г, и добавляют 100 см<sup>3</sup> кипящей воды. Энергично встряхивают и после разделения сливают водную фазу в чашку вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Экстрагируют массу для испытания еще дважды по 50 см<sup>3</sup> порциями кипящей воды, добавляя оба экстракта в чашку.

К собранному общему количеству экстракта добавляют 0,1 см<sup>3</sup> индикаторного раствора метилового оранжевого (п. 5.2) и, если раствор становится розовым или красным, титруют раствором гидроксида калия (п. 5.4) до тех пор, пока окраска раствора не станет золотисто-коричневой. Если первоначальная окраска не розовая и не красная, кислотное число принимают равным нулю.

10.2. В колбу Эрленмейера вместимостью 250 см<sup>3</sup> берут 200 см<sup>3</sup> кипящей воды — той же, что для титрования массы для испытания. Добавляют 0,1 см<sup>3</sup> индикаторного раствора метилового оранжевого (п. 5.2).

Если цвет индикатора желто-оранжевый, титруют раствором соляной кислоты (п. 5.1) до того же оттенка, что и при титровании массы для испытания.

Если цвет индикатора розовый или красный, то титруют раствором гидроксида калия (п. 5.1) до такой же конечной точки, что и при титровании массы.

## 11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ И ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

Рассчитывают кислотное число, кислотное число сильных кислот и щелочное число сильных оснований соответственно.

### 11.1. Обработка результатов

11.1.1. Кислотное число ( $AN$ ), выраженное в миллиграммах КОН на грамм, вычисляют по формуле

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

где  $V_1$  — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование испытуемой массы, см<sup>3</sup>;  
 $V_0$  — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование контрольного раствора, см<sup>3</sup>;

$c_{\text{KOH}}$  — концентрация стандартного раствора гидроокиси калия, моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  — масса для испытания, г.

11.1.2. Кислотное число сильных кислот ( $SAN$ ), выраженное в миллиграммах КОН на грамм, вычисляют по формулам, приведенным в пп. 11.1.2.1 и 11.1.2.2.

11.1.2.1. Если контрольное титрование проводят кислотой,

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

где  $V_2$  — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование водной вытяжки (п. 10.1), см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование контрольного раствора (п. 10.2), см<sup>3</sup>;

$c_{\text{KOH}}$  — концентрация стандартного раствора гидроокиси калия, моль/дм<sup>3</sup>;

$c_{\text{HCl}}$  — концентрация стандартного раствора соляной кислоты, моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  — масса для испытания, г.

11.1.2.2. Если контрольное титрование проводят щелочью,

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

где  $V_4$  — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование контрольного раствора (п. 10.2), г.

11.1.3. Щелочное число сильных оснований ( $SBN$ ), выраженное в миллиграммах КОН на грамм, вычисляют по формуле

$$SBN = \frac{(V_5 \cdot c_{\text{HCl}}) + (V_6 \cdot c_{\text{KOH}}) \cdot 56,1}{m},$$

где  $V_5$  — объем стандартного раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование массы для испытания, см<sup>3</sup> (разд. 9).

### 11.2. Точность метода

#### 11.2.1. Сходимость

Расхождение между последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же лаборантом, на одной и той же аппаратуре в постоянно действующих условиях, на идентичном исследуемом материале при нормальном и правильном выполнении испытания, может превышать значения, представленные в табл. 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2

Сходимость	
Число нейтрализации	Сходимость
До 0,1	0,03
Св. 0,1 * 0,5	0,05
* 0,5 * 1,0	0,08
* 1,0 * 2,0	0,12

## 11.2.2. Воспроизводимость

Расхождение между двумя единственными результатами, полученными разными лаборантами, работающими в различных лабораториях на идентичном исследуемом материале при нормальной и правильной эксплуатации метода испытания может превышать значения, указанные в табл. 3, только в одном случае из двадцати.

Таблица 3

## Воспроизводимость

Число нейтрализации	Воспроизводимость
До 0,1	0,04
Св. 0,1 до 0,5	0,08
» 0,5 » 2,0	15 % уровня числа нейтрализации

## Примечания:

1. Эта формулировка точности применяется к новым светлым минеральным маслам без присадок, новым и отработанным неингибированным турбинным маслам, стойким к эмульгированию паром. Для других масел точность не указана, так как не накоплено достаточно данных.

2. Если масла настолько темные, что становится неясным изменение цвета в конечной точке, приведенную точность метода не применяют.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1  
Обязательное

СПЕЦИФИКАЦИЯ ДЛЯ *p*-НАФТОЛБЕНЗЕННА

## 1. Внешний вид

Красный аморфный порошок.

## 2. Содержание хлоридов

Менее 0,5 % (по массе).

## 3. Растворимость

10 г должны полностью раствориться в 1 дм<sup>3</sup> растворителя для титрования (п. 5.5).

## 4. Минимальная абсорбция

0,1 г массы для испытания растворяют в 250 см<sup>3</sup> метанола. 5 см<sup>3</sup> этого раствора доливают до 100 см<sup>3</sup> рН 12 буферным раствором (приложение 1, п. 5.5). Полученный раствор должен иметь минимальную абсорбцию 1,2, если снимают показания при длине волны 650 нм, используя спектрофотометр Бекмана DU или аналогичный, 1-см кюветы и воду в качестве контрольного реактива.

## 5. Диапазон рН

5.1. При определении диапазона рН<sub>р</sub> индикатора *p*-нафтолбензена по методу, изложенному в приложении 2, при относительном рН (11 ± 0,5) индикатор принимает чистую зеленую окраску.

5.2. Требуется не более 0,5 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия, взятого для контрольного титрования, чтобы получить первую чистую зеленую окраску индикаторного раствора (приложение 2, п. 8).

5.3. Требуется не более 0,1 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия, взятого для контрольного титрования, чтобы получить синюю окраску индикаторного раствора.

5.4. Первоначальное рН индикаторного раствора должно быть не менее контрольного.

5.5. Готовят буферный раствор, смешивая 50 см<sup>3</sup> 0,05 моль/дм<sup>3</sup> двухосновного раствора фосфата натрия с 26,9 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИАПАЗОНА  $pH_p$  ИНДИКАТОРА *p*-НАФТОЛБЕНЗЕИНА**1. Назначение и область применения**

Определение пригодности индикатора *p*-нафтолбензеина относительно изменения цвета по всему диапазону  $pH_p$ .

**2. Определение**

$pH_p$  — произвольный термин, который выражает относительную активность ионов водорода в среде толуола — изопропилового спирта аналогичным образом, как термин  $pH$  выражает истинную активность ионов водорода в водном растворе.

Для данного стандарта шкалу кислотности  $pH_p$  определяют двумя стандартными буферными растворами, обозначенными  $pH_p$  4 и  $pH_p$  11.

Точное отношение между  $pH_p$  и истинным  $pH$  раствора толуола — изопропилового спирта неизвестно и не может быть легко определено.

**3. Сущность метода**

Указанное количество индикатора титруют электрометрическим способом со спиртовым раствором гидроокиси калия по различным изменениям цвета, результаты наносят на график относительно показаний измерительного прибора, пересчитанных в единицы  $pH_p$ .

**4. Реактивы**

Для анализа применяют только химически чистые реактивы и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Гидроокись калия, стандартный спиртовый раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (приложение 3).

4.2. Растворитель для титрования: добавляют 500 см<sup>3</sup> толуола и 5 см<sup>3</sup> воды к 495 см<sup>3</sup> безводного изопропилового спирта (приложение 3).

Растворитель для титрования готовят в больших количествах.

4.3. Кислотный буферный раствор

Готовят исходный раствор в соответствии с ГОСТ 11362.

Добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного исходного раствора к 100 см<sup>3</sup> растворителя для титрования (приложение 2, п. 4.2). Используют данный разбавленный раствор в течение 1 ч.

4.4. Щелочной буферный раствор ( $pH_p = 11,0$ ).

Готовят исходный раствор в соответствии с ГОСТ 11362.

Добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного исходного раствора к 100 см<sup>3</sup> растворителя для титрования (приложение 2, п. 4.2). Используют данный разбавленный раствор в течение 1 ч.

4.5. Электролит хлорида калия

Готовят насыщенный раствор хлорида калия (KCl) в воде (приложение 3).

**5. Аппаратура**

Измерительный прибор, стеклянный электрод, каломельный электрод, мешалка, стакан и штатив, как определено в ГОСТ 11362.

**6. Подготовка системы электродов**

Готовят систему электродов в соответствии с ГОСТ 11362.

**7. Стандартизация аппаратуры**

7.1. Перед проведением каждого испытания или серии испытаний измерительный прибор устанавливают таким образом, чтобы показания можно было снимать по шкале  $pH$ .

Погружают электроды в стакан с кислотным безводным буферным раствором (приложение 2, п. 4.3) при температуре  $(25 \pm 2)$  °С и энергично перемешивают раствор.

Когда показание  $pH$  измерительного прибора становится постоянным, регулируют асимметричную шкалу напряжения на показание 4,0.

7.2. Удаляют кислотный буферный раствор, чистят электроды и погружают их в воду на несколько минут. Электроды сушат и помещают в стакан с щелочным безводным буферным раствором при температуре  $(25 \pm 2)$  °С. Когда показание  $pH$  измерительного прибора становится постоянным, записывают точное значение.

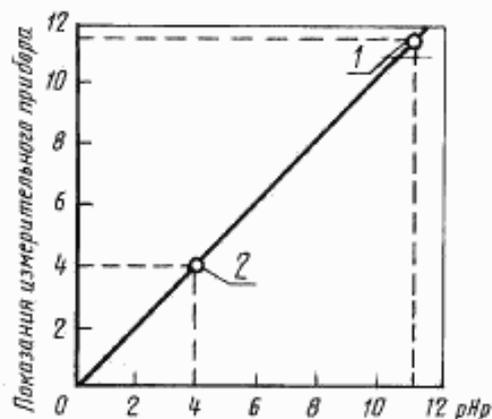
Если показание находится в пределах 0,2  $pH$  единиц от 11,0 первоначальную кислотность ( $pH_p$ ) неизвестных растворов можно зарегистрировать непосредственно со шкалы измерительного прибора. Если показание выходит за пределы 0,2  $pH$  единиц от 11,0, строят график корректировки, как указано на чертеже. График используют для пересчета  $pH$  измерительного прибора в первоначальную кислотность ( $pH_p$ ).

**8. Определение**

8.1. Титруют 100 см<sup>3</sup> растворителя для титрования (см. приложение 2, п. 4.2) раствором гидроокиси калия (приложение 2, п. 4.1) до тех пор, пока измерительный прибор не укажет  $pH_p$  между 13 и 14.

8.2. Добавляют 0,5 см<sup>3</sup> индикаторного раствора *p*-нафтолбензеина к свежей порции растворителя и после очистки электродов титруют раствором гидроокиси калия (приложение 2, п. 4.1) до тех пор, пока измерительный прибор не укажет  $pH_p$  между 13 и 14.

Калибровочная кривая для пересчета показаний измерительного прибора рН в рН<sub>p</sub>



1 — показание измерительного прибора с щелочным безводным буфером равно 11,5;  
2 — измерительный прибор, отрегулированный на показание 4,0 в кислотном безводном буфере

8.3. Во время титрования наносят на график объем титранта против значений рН<sub>p</sub> и показания измерительного прибора. Отмечают на кривой различные изменения окраски при соответствующих значениях рН<sub>p</sub>.

**Примечание.** В качестве руководства предлагаются следующие изменения окраски: янтарная в оливково-зеленую, оливково-зеленая в чисто зеленую, чисто зеленая в голубовато-зеленую, голубовато-зеленая в синюю.

8.4. Строят график контрольного титрования на графике, вычерченном для индикатора.

**9. Обработка результатов**

9.1. Вычитают объем титранта, израсходованный на контрольное титрование из объема титранта, израсходованного на титрование индикаторного раствора, при тех же показаниях рН<sub>p</sub>, соответствующих определенным изменениям окраски между 10 и 12 рН<sub>p</sub>.

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ,  
ОТРАЖАЮЩИЕ ПОТРЕБНОСТИ НАРОДНОГО ХОЗЯЙСТВА**Раздел 1**

Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты и смазочные масла, растворимые или почти растворимые в смесях толуола и изопропилового спирта и устанавливает метод определения общего кислотного числа, кислотного числа сильных кислот и щелочного числа сильных оснований.

Метод не распространяется на смазочные масла с щелочными присадками, смазочно-охлаждающие жидкости, масла, предохраняющие от коррозии, аналогичные компаундированные масла или темные масла, так как невозможно точно установить конечную точку титрования с цветным индикатором.

**Раздел 5**

Вода дистиллированная, рН 5,6 + 6,4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, спиртовой раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, спиртовой раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Бария гидроксид по ГОСТ 10848.

Метилловый оранжевый по ТУ 6—09—5171, 0,1 %-ный раствор.

*p*-нафтолбензеин, индикаторный раствор.

10 г *p*-нафтолбензеина растворяют в 1 дм<sup>3</sup> растворителя для титрования, приготовленного по п. 5.5.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, 1 %-ный спиртовой раствор.

Толуол по ГОСТ 5759.

Калий гидрофталат (калий фталевокислый кислый) по ТУ 6—09—09—304.

Колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>, 2 дм<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Воронки для фильтрации типа ВФ по ГОСТ 25336 или фарфоровые по ГОСТ 9147.

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию х. ч.

Растворы для титрования проверяют не реже одного раза в две недели по чистому гидрофталату калия.

**Раздел 6**

Бюретки вместимостью 50 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup> или вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251.

Воронки делительные вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Чашки вместимостью 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения с пределом взвешивания 200 г не ниже 2-го класса точности.

Сито с размером отверстий 100 меш (0,149 мм).

Электроплитка закрытая с терморегулятором.

**Раздел 11**

**Сходимость**

Два результата определений, полученные одним лаборантом на одной и той же аппаратуре, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, приведенных в табл. 2.

**Воспроизводимость**

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, приведенных в табл. 3.

**Приложение 1**

Метанол по ГОСТ 6995.

Натрий фосфорнокислый по ГОСТ 11773.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328.

Спектрофотометр.

**Приложение 2**

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2351

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6618—87 «Нефтепродукты и смазочные масла. Число нейтрализации. Метод цветного индикаторного титрования» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

## 3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, приложения
ГОСТ 3118—77	Приложение 3
ГОСТ 4234—77	То же
ГОСТ 4328—77	*
ГОСТ 5759—75	*
ГОСТ 6995—77	*
ГОСТ 9147—80	*
ГОСТ 9805—84	*
ГОСТ 10848—79	*
ГОСТ 11362—96	1; 2; приложение 2
ГОСТ 11773—76	Приложение 3
ГОСТ 24363—80	То же
ГОСТ 25336—82	*
ГОСТ 29251—91	*
ТУ 6—09—09—304	*
ТУ 6—09—5171	*
ТУ 6—09—5360	*

## 4. ПЕРЕИЗДАНИЕ