



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۰۳۰

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

18030

1st.Edition

2014

فرآورده‌های نفتی و روان‌کننده‌ها -

عدد خنثی‌سازی -

روش تیتراسیون پتانسیومتری

**Petroleum products and lubricants –
Neutralization number –
Potentiometric titration method**

ICS:70.080

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« فرآورده‌های نفتی و روان‌کننده‌ها - عدد خنثی‌سازی - روش تیتراسیون پتانسیومتری »

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشگاه استاندارد

رئیس:

امینیان، وحید
(کارشناسی ارشد شیمی)

دبیر:

اخیری، شهاب
(کارشناسی ارشد شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اصلانی، سعید
(کارشناس شیمی)

پارک علم و فناوری استان آذربایجان شرقی

الفت، علیرضا

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

امیرشقاقی، احمد

(دکترای مهندسی شیمی)

دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهر

تقی‌نژاد، ژاله

(کارشناسی شیمی)

شرکت پایه گستر سپند

خادمی، داوود

(کارشناس ارشد پلیمر)

شرکت آریانام

زارعی، چنگیز

(کارشناسی شیمی)

پتروشیمی تبریز

شرکت تدبیر نوین سازان

قاسمیان خجسته، محسن
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت کن تایر

مجرد، احمد
(کارشناس مهندسی شیمی - پلیمر)

کارشناس استاندارد

نامی، راضیه
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

پالایشگاه تبریز

نوشاد، آرش
(کارشناسی ارشد شیمی)

دانشگاه شهید مدنی آذربایجان

ولی زاده، حسن
(دکترای شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ اصطلاحات و تعاریف
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۵ وسایل
۷	۶ آماده‌سازی آزمون روغن کارکرده
۸	۷ آماده‌سازی سامانه الکتروود
۹	۸ استانداردسازی وسایل
۹	۹ روش انجام آزمون عدد اسیدی کل و عدد اسیدی قوی
۱۱	۱۰ بیان نتایج
۱۴	۱۱ دقت
۱۵	۱۲ گزارش آزمون
۱۶	پیوست الف (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش گفتار

استاندارد " فرآورده‌های نفتی و روان کننده‌ها- عدد خنثی‌سازی- روش تیتراسیون پتانسیومتری " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در بیست و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۲/۱۲/۲۱ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران ، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات ، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود ، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین ، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد .

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

ISO 6619: 1988, Petroleum products and lubricants – Neutralization number - Potentiometric titration method

فرآورده‌های نفتی و روان‌کننده‌ها - عدد خنثی‌سازی - روش تیتراسیون پتانسیومتری

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای تعیین ترکیبات اسیدی فرآورده‌های نفتی و روان‌کننده‌های محلول و یا تقریباً محلول در مخلوط تولوئن و ایزوپروپیل‌الکل^۱ است. این استاندارد برای تعیین اسیدهایی که ثابت تفکیک آن‌ها در آب بزرگ‌تر از 10^{-9} است کاربرد دارد، اسیدهایی که به شدت ضعیف هستند و ثابت تفکیک آن‌ها کوچک‌تر از 10^{-9} است با این استاندارد تداخل ندارند. نمک‌های با ثابت هیدرولیز بزرگ‌تر از 10^{-9} واکنش می‌دهند.

یادآوری- در روغن‌های جدید و کارکرده، ترکیباتی که ممکن است مشخصات اسیدی داشته باشند شامل، اسیدهای آلی و غیرآلی، استرها، ترکیبات فنلی، لاکتون‌ها، رزین‌ها، نمک‌های فلزات سنگین، نمک‌های آمونیاک و سایر ترکیبات بازی ضعیف، نمک‌های اسیدی اسیدهایی با پایه بازی و افزودنی‌هایی مثل بازدارنده‌ها و شوینده‌ها می‌باشند.

۲-۱ این روش برای نشان دادن تغییرات نسبی در روغنی که در طول استفاده تحت شرایط اکسیداسیون رخ می‌دهد، صرف‌نظر از رنگ و سایر خواص روغن حاصل، کاربرد دارد. اگرچه تیتراسیون تحت شرایط تعادل معین انجام می‌گیرد، این روش برای خاصیت اسیدی یا بازی مطلق که می‌توان برای پیش‌بینی عملکرد روغن تحت شرایط سرویس استفاده کرد، کاربرد ندارد. هیچ رابطه کلی بین خوردگی یا تاقان و عدد اسید یا باز، شناخته نشده است.

یادآوری- همچنین یک روش تیتراسیون شاخص رنگ در استاندارد ISO 6618 موجود است (به کتاب‌نامه پیوست الف مراجعه کنید). عددهای اسیدی به دست آمده با روش تیتراسیون پتانسیومتری ممکن است مشابه اعداد حاصل از روش استاندارد ISO 6618 باشد، ولی به طور کلی از لحاظ اندازه مشابه هستند.

۳-۱ فرآورده‌های نفتی تازه و کارکرده ممکن است حاوی ترکیبات اسیدی نظیر فرآورده‌های اکسیداسیون که به عنوان افزودنی یا به عنوان فرآورده تخریب، که در طول مدت سرویس‌دهی به وجود آمده‌اند، باشند. مقادیر نسبی این مواد را می‌توان با تیتراسیون بازی تعیین کرد. عدد اسیدی، اندازه‌گیری مقدار ماده اسیدی موجود در روغن تحت شرایط آزمون است. عدد اسیدی به عنوان یک راهنما در کنترل کیفیت فرمول‌بندی روغن‌های روان‌کننده استفاده می‌شود. همچنین گاهی اوقات به عنوان میزان تخریب روان‌کننده در طول مدت سرویس‌دهی استفاده می‌گردد. هرگونه محدودیت اجباری باید به‌طور تجربی برقرار گردد.

از آنجایی که فرآورده‌های متنوع اکسیداسیون در عدد اسیدی مشارکت می‌کنند و اسیدهای آلی به‌طور گسترده‌ای خواص خوردگی را تغییر می‌دهند، آزمون را نمی‌توان برای پیش‌بینی خوردگی نفت تحت شرایط سرویس‌دهی

استفاده کرد. هیچ ارتباط کلی بین عدد اسیدی و تمایل روغن به خوردگی فلزات شناخته نشده است. روغن‌های موتور ترکیبی می‌توانند، و معمولاً هم، در این یک آزمون عدد اسیدی دارند.

۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر کاربرد دارند:

۱-۲

عدد اسیدی

مقدار باز (که برحسب mg کلرید پتاسیم بر g نمونه بیان می‌شود) مورد نیاز برای تیتراژ کردن پتانسیومتری آزمون در یک حلال مشخص، از خوانش اندازه‌گیری^۱ اولیه آن تا خوانش اندازه‌گیری متناسب با مقدار به‌دست آمده با یک محلول بافر بازی غیرآبی^۲ تازه تهیه شده، یا نقطه عطف تعریف شده که در این استاندارد مشخص شده است.

۲-۲

عدد اسیدی قوی

مقدار باز (که برحسب mg کلرید پتاسیم بر g نمونه بیان می‌شود) مورد نیاز برای تیتراژ کردن پتانسیومتری آزمون در یک حلال مشخص، از خوانش اندازه‌گیری اولیه آن تا خوانش اندازه‌گیری متناسب با مقدار به‌دست آمده با یک محلول بافر اسیدی غیرآبی تازه تهیه شده، یا نقطه عطف تعریف شده که در این استاندارد مشخص شده است.

۳ اصول آزمون

آزمونه در مخلوطی از تولوئن و ایزوپروپانول حاوی مقدار کمی آب حل می‌شود و با روش پتانسیومتری با KOH الکلی با استفاده از الکتروود نشانگر شیشه‌ای و الکتروود مرجع کالومل^۳ تیتراژ می‌شود. خوانش‌های مربوط به اندازه‌گیری به‌صورت دستی یا خودکار در مقابل حجم‌های مربوطه محلول تیتراسیون رسم می‌شود و نقاط پایانی فقط در نقاط عطف تعریف شده در منحنی حاصل گرفته می‌شود. وقتی هیچ نقطه عطف معلومی به‌دست نیامده باشد، نقاط پایانی در خوانش‌های مربوط به اندازه‌گیری متناسب با نقاط به‌دست آمده با محلول‌های بافر اسیدی یا بازی غیرآبی، به دست می‌آید.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

در طول تجزیه فقط از واکنشگرهایی استفاده کنید که درجه تجزیه‌ای معینی دارند و فقط از آب مقطر یا آب خالص معادل استفاده کنید.

1 - Meter
2 - Non-aqueous
3 - Calomel

۱-۴ محلول بافر اسیدی غیرآبی، ۱۰ ml محلول بافر ذخیره^۱ A (بند ۴-۵) را به ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون اضافه کنید. در طول مدت ۱ h استفاده کنید.

۲-۴ محلول بافر بازی غیرآبی، ۱۰ ml محلول بافر ذخیره B (بند ۴-۶) را به ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون اضافه کنید. در طول مدت ۱ h استفاده کنید.

۳-۴ ۲، ۴، ۶ تری-متیل پیریدین (۷-کولیدین) ($M_r = 121/18$)، که مطابق با الزامات زیر است:

محدوده نقطه جوش 168°C تا 170°C

ضریب شکست نور، n_D^{20} 1.4982 ± 0.0005

رنگ بی‌رنگ

واکنشگر را در یک شیشه قهوه‌ای روی اکسید آلومینیوم فعال شده نگاه دارید.

۴-۴ m-نیتروفنل^۳ ($M_r = 139/11$)، که مطابق با الزامات زیر است:

نقطه ذوب 96°C تا 97°C

رنگ زرد کم‌رنگ

واکنشگر را در یک شیشه قهوه‌ای نگاه دارید.

۵-۴ محلول بافر ذخیره A، به دقت g (24.2 ± 0.1) از ۲، ۴، ۶ تری-متیل پیریدین را وزن کنید و به بالن حجمی یک لیتری حاوی ۱۰۰ ml ایزوپروپانول بی‌آب (بند ۴-۹) منتقل کنید. استوانه مدرج یک لیتری حاوی ml $[(150/c_1) \pm 5]$ از محلول HCl الکلی ۰.۲ mol/l (بند ۴-۸) را، در حین هم‌زدن مداوم به بالن اضافه کنید (c_1 غلظت واقعی محلول HCl استانداردسازی شده است). با پروپانول محلول را به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید. در طول مدت یک ماه استفاده کنید.

۶-۴ محلول بافر ذخیره B، به دقت g (27.8 ± 0.1) از m-نیتروفنل را وزن کرده و به بالن حجمی یک لیتری حاوی ۱۰۰ ml ایزوپروپانول بی‌آب (بند ۴-۹) منتقل کنید. استوانه مدرج ۵۰۰ ml حاوی ml $[(50/c) \pm 1]$ از محلول KOH الکلی ۰.۲ mol/l (بند ۴-۱۲) را، در حین هم‌زدن مداوم به بالن اضافه کنید (c_2 غلظت واقعی محلول KOH استانداردسازی شده است). با پروپانول محلول را به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید. در طول مدت یک ماه استفاده کنید.

۷-۴ اسید هیدروکلریک، محلول الکلی حجمی استاندارد، $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/l}$.

۹ ml اسید هیدروکلریک (HCl) ($\rho_{20} = 1.19 \text{ g/ml}$) را با ۱ l ایزوپروپانول بی‌آب (بند ۴-۹) مخلوط کنید. استانداردسازی مناسب را تکرار کنید، برای تشخیص تغییرات غلظت 0.0005 mol/l با تیتراسیون پتانسیومتری، تقریباً ۸ ml از محلول KOH الکلی (بند ۴-۱۱) 0.1 mol/l را با ۱۲۵ ml دی‌اکسیدکربن عاری از آب رقیق کنید.

1 - Stock

2 - 2,4,6 Trimethylpyridine (γ -Collidine)

3 - m-Nitrophenol

۸-۴ اسید هیدروکلریک، محلول الکلی حجمی استاندارد، $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/l}$
محلول را مطابق بند ۴-۷ تهیه کرده و استانداردسازی کنید، ولی از ۱۸ ml اسید هیدروکلریک (HCl) $(\rho_4 = 1,19 \text{ g/ml})$ استفاده کنید.

۹-۴ ایزوپروپانول، بی آب [کمتر از ۰,۱٪ (m/m) آب].

اگر شناساگری که به حد کافی خشک باشد را نمی‌توان فراهم کرد، می‌توان آن را با تقطیر به روش ستون جزء به جزء تهیه کرد. ۱۰٪ تقطیر بالاسری ستون و ۱۰٪ باقی‌مانده تقطیر را دور بریزید. خشک کردن با استفاده از غربال مولکولی، نظیر لیند نوع ۴A^۱ نیز انجام می‌گیرد. این عمل با عبور حلال (یک بخش غربال مولکولی به ازای ده بخش حلال) به سمت بالا از طریق یک ستون غربال مولکولی انجام می‌گیرد.

۱۰-۴ الکترولیت کلرید پتاسیم، یک محلول اشباع کلرید پتاسیم (KOH) در آب تهیه کنید.

۱۱-۴ هیدروکسید پتاسیم، محلول الکلی حجمی استاندارد، $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

در یک بالن دو لیتری، ۶ g هیدروکسید پتاسیم را به تقریباً ۱ l ایزوپروپانول بی‌آب اضافه کنید. تحت رفلکس این محلول را به آرامی به مدت ۱۰ min بجوشانید و سپس برای اطمینان از حل شدن کامل، آن را تکان دهید. حداقل ۲ g هیدروکسید باریم^۲ به آن اضافه کنید و دوباره به مدت (۵ تا ۱۰) min بجوشانید. محلول را دو روز به حالت سکون نگه‌داری کنید و سپس با استفاده از یک قیف مجهز به فیلتر شیشه‌ای متخلخل ریز، مایع رویی را صاف کنید. محلول را در یک بطری شیمیایی مقاوم نگه‌دارید.

به شیوه‌ای توزیع کنید که محلول از دی‌اکسیدکربن موجود در جو محافظت شود. به‌وسیله لوله محافظ حاوی آهک سود^۳ یا جاذب سیلیکاتی بدون فیبر سود^۴ این کار را انجام دهید به طوری که محلول در تماس با چوب-پنبه، لاستیک یا گریس محافظ قابل صابونی شدن قرار نگیرد.

استانداردسازی مناسب را برای تشخیص تغییرات غلظت $0,0005 \text{ mol/l}$ با تیتراسیون پتانسیومتری، در مقابل $0,0002 \text{ g}$ (۰,۱ تا ۰,۱۵) پتاسیم هیدروژن فتالات (خشک شده به مدت ۲ h در دمای 105°C) که با دقت $0,0002 \text{ g}$ توزین شده و در حدود ۱۰۰ ml دی‌اکسیدکربن عاری از آب حل می‌شود، تکرار کنید.

۱۲-۴ هیدروکسید پتاسیم، محلول الکلی حجمی استاندارد، $c(\text{KOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$

مطابق بند ۴-۱۱ محلول را تهیه، ذخیره و استانداردسازی کنید، ولی از 12 g تا 13 g هیدروکسید پتاسیم در ۱ lit ایزوپروپانول بی‌آب (بند ۴-۹) استفاده کنید. برای استانداردسازی از $0,2 \text{ g}$ تا $0,3 \text{ g}$ پتاسیم هیدروژن فتالات استفاده کنید، با دقت $0,0002 \text{ g}$ توزین کرده و در ۱۰۰ ml دی‌اکسیدکربن بی‌آب حل کنید.

1- Linde type 4A (نام تجاری)

2 - Ba(OH)₂

3 - Soda lime

4 - Soda non-fibrous silicate absorbant

۴-۱۳ حلال تیتراسیون، ۵۰۰ ml تولوئن و ۵ ml آب را به ۴۹۵ ml ایزوپروپانول بدون آب (بند ۴-۹) اضافه کنید. بهتر است حلال تیتراسیون در مقادیر زیاد درست شود و مقدار تهی^۱ آن روزانه قبل از استفاده با تیتراسیون تعیین گردد.

یادآوری- حلال تیتراسیون که در آن کلروفورم به جای تولوئن استفاده می شود ممکن است برای حل کردن کامل باقی مانده های سنگین مخصوص مواد آسفالتی نیاز باشد.

۵ وسایل

مونتاژ سل مورد استفاده برای تیتراسیون پتانسیومتری در شکل ۱ نشان داده شده است.

۱-۵ وسایل تیتراسیون دستی

۵-۱-۱ اندازه گیر، یک ولت متر یا پتانسیومتر با دقت ± 0.005 V و حساسیت ± 0.002 V است که در محدوده بیش از ± 0.5 V، وقتی اندازه گیر با الکترودهای مشخص شده در بند ۵-۱-۲ و ۵-۱-۳ استفاده می شود و نیز مقاومت بین الکترودها در حد $M \Omega$ (۰.۲ تا ۲۰) است، کار می کند. اندازه گیر باید از میدان های الکترواستاتیکی سرگردان محافظت شود، بدین ترتیب هیچ تغییر دائمی در خوانش اندازه گیر در طول دامنه عملیاتی در اثر تماس، سیم متصل به زمین، هر قسمتی از سطوح در معرض الکترودهای، سیم الکترودهای، پایه تیتراسیون یا اندازه گیر است، ایجاد نمی شود.

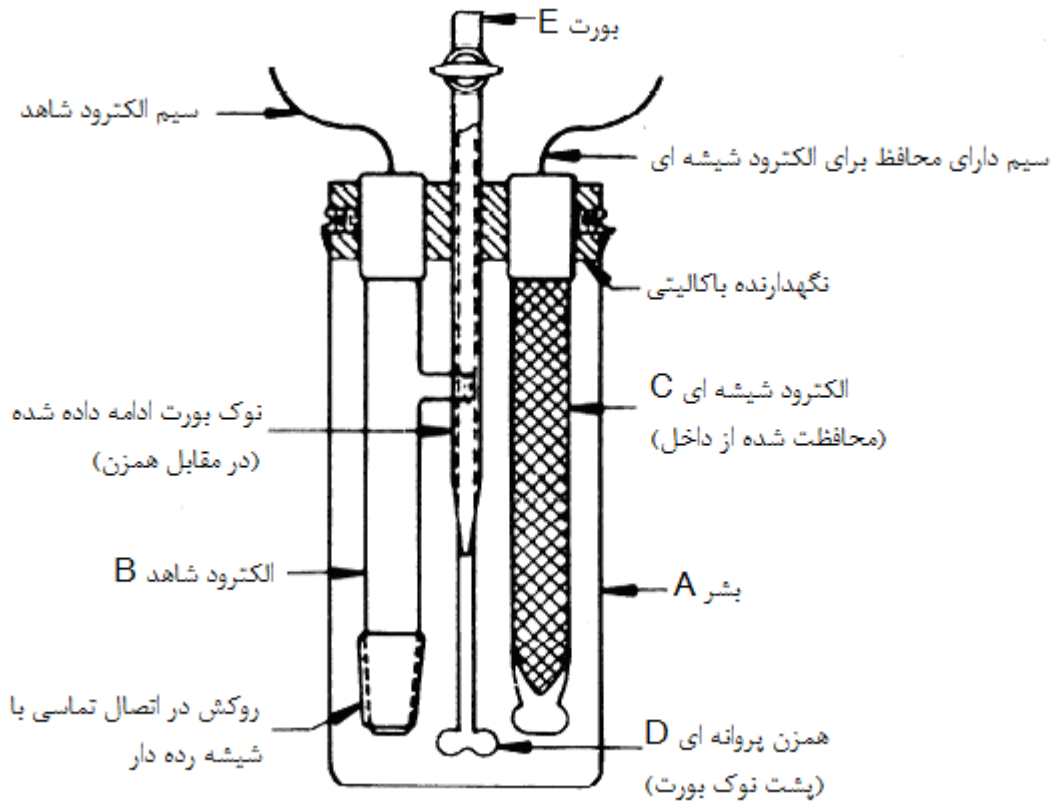
۵-۱-۲ الکترودهای شیشه ای (C در شکل ۱)، نوع مدادی با طول (۱۲۵ تا ۱۸۰) mm و قطر (۸ تا ۱۴) mm. بدنه الکترودها باید از لوله شیشه ای مقاوم در برابر مواد شیمیایی با ضخامت دیواره (۱ تا ۳) mm ساخته شود. انتهای الکترودها غوطه ور در محلول باید با یک نیمکره شیشه ای که انتهای لوله الکترودها را درزگیری می کند^۲، بسته شود و شعاع نیمکره باید حدود ۷ mm باشد. ضخامت شیشه نیمکره باید به حد کافی زیاد باشد تا مقاومت نیمکره در $25^{\circ}C$ بین $M \Omega$ (۱۰۰ تا ۱۰۰۰) گردد.

الکترودها باید شامل یک سل مایع درزگیری شده به طور ثابت که تجدیدپذیر است باشد تا اتصال الکتریکی با سطح داخلی نیمکره ایجاد شود.

برای جلوگیری از تداخل الکترواستاتیکی، کل اتصال الکتریکی از سل تماس محکم شده تا خروجی اندازه گیر باید با محافظ الکتریکی احاطه شود.

محافظ باید توسط مواد ایزوله با کیفیت بالا مثل لاستیک و شیشه از اتصال الکتریکی عایق کاری شود، به طوری- که مقاومت بین محافظ و کل طول اتصال الکتریکی بیش تر از $M \Omega$ ۵۰۰۰۰ باشد.

1 - Blank
2 - Sealed



شکل ۱- سل تیتراسیون پتانسیومتری

۳-۱-۵ الکتروود مرجع کالومل (B در شکل ۱)، نوع مدادی با طول (۱۲۵ تا ۱۸۰) mm و قطر (۸ تا ۱۴) mm. این الکتروود باید از شیشه ساخته شود و نیز باید دارای یک روکش^۱ شیشه خارجی قابل جابجایی در انتهای محل درزگیری باشد که در محلول تیتراسیون غوطه‌ور است. روکش شیشه باید (۸ تا ۲۵) mm طول، کمی مخروطی شکل و رده دار باشد تا مناسب برای الکتروود شود، به طوری که انتهای درزگیری شده الکتروود (۲ تا ۲۰) mm فراتر از روکش جلو رفته باشد. سطح رده باید پیوسته و عاری از نقاط صاف باشد. در یک نقطه وسط مسیر بین انتهاهای سطح رده، لوله الکتروود باید با یک یا چند حفره به قطر ۱ mm سوراخ شود. الکتروود باید شامل جیوه لازم، کالومل و اتصال الکتریکی به جیوه به طور مرتب و دائمی باشد. تقریباً کل ظرفیت الکتروود باید با الکتروولیت اشباع KCl (بند ۴-۱۰) پر شود و همچنین سر آن باید با چوب پنبه بسته شود که ممکن است الکتروولیت دوباره پر گردد.

الکترودهنگام تعلیق در هوا و در حالی که روکش بر روی آن است، نباید نشت الکتروولت بیش از یک قطره در ۱۰ min داشته باشد.

یادآوری - الکترودهای ترکیبی و الکترودهای کلرید نقره/نقره به دلیل پاسخ آهسته برای این روش نامناسب تشخیص داده شده‌اند.

۴-۱-۵ همزن مکانیکی با سرعت متغیر، از نوع مناسب شیشه‌ای که دارای پره همزن پروانه‌ای (D در شکل ۱) است. پروانه با شعاع تیغه‌ای ۶ mm که با گام $^{\circ} (30 \text{ تا } 45)$ نصب می‌شود، رضایت‌بخش است. همچنین همزن مغناطیسی نیز رضایت‌بخش است.

اگر از دستگاه همزن الکتریکی استفاده می‌شود، باید به صورت الکتریکی اصلاح و پایه‌ریزی شود تا قطع یا وصل برق به موتور، تغییر دائمی در خوانش اندازه‌گیر در طول تیتراسیون ایجاد نکند.

۵-۱-۵ بورت (E در شکل ۱)، با ظرفیت ۱۰ ml که به فواصل ۰٫۰۵ ml مدرج شده و با دقت $\pm 0.05 \text{ ml}$ کالیبره شده است. بورت باید یک شیر سه‌راهی شیشه‌ای داشته باشد و باید نوک بورت (۱۰۰ تا ۱۳۰) دورتر از شیر سه‌راهی باشد. بورت مورد استفاده برای KOH باید یک لوله محافظ حاوی آهک سودا یا سایر مواد جاذب CO_2 باشد.

۶-۱-۵ بشر تیتراسیون (A در شکل ۱)، با ظرفیت ۲۵۰ ml که از شیشه بوروسیلیکات ساخته شده است.

۷-۱-۵ پایه تیتراسیون، مناسب برای نگهداشتن الکترودها، همزن و بورت باشد. در شکل ۱ موقعیت پایه نشان داده شده است.

یادآوری - ترتیبی که اجازه دهد بشر بدون اختلال در الکترودها، بورت و همزن خارج شود، مطلوب است.

۲-۵ وسایل تیتراسیون خودکار

سامانه تیتراسیون خودکار باید به طور کلی مطابق بند ۱-۵ باشد و به شرح زیر عملکرد فنی و خصوصیات یا جنبه‌ها را ارائه دهد:

۱-۲-۵ سازگاری خودکار سرعت تیتراسیون در حالت تحویل مستمر تیتراکننده، به شیب منحنی تیتراسیون با قابلیت تطابق با تعادل پتانسیل مشخص شده، و فراهم کردن نرخ تیتراسیون کم‌تر از 0.2 ml/min در طول مدت تیتراسیون و ترجیحاً 0.05 ml/min در نقاط عطف و در نقاط پایان اسیدی یا بازی غیرآبی.

۲-۲-۵ بورت‌های موتوری دقیق قابل تعویض، با درستی توزیع حجم $\pm 0.1 \text{ ml}$.

۳-۲-۵ ثبت دوره کامل تیتراسیون با چاپ مداوم پتانسیل مربوطه در مقابل حجم تیتراکننده اضافه شده.

۶ آماده‌سازی آزمون روغن کارکرده

۱-۶ از آنجایی که خود رسوب اسیدی است و همچنین ممکن است مواد اسیدی را از نمونه جذب کند، رعایت دقیق روش نمونه‌برداری ضروری است. کوتاهی در به‌دست آوردن آزمون معرف باعث خطاهای جدی خواهد شد.

روغن کارکرده ممکن است در انبار تغییر محسوسی داشته باشد، بنابراین آزمون باید پس از خروج از سامانه روانکاری هر چه سریع تر مورد آزمون قرار گیرد، تاریخ‌های آزمایش و نمونه‌برداری باید یادداشت شود.

۲-۶ نمونه آزمایشگاهی روغن کارکرده را تا دمای 50 ± 60 °C، با همزدن متلاطم در همان ظرف اصلی روغن تا زمانی که تمام رسوب روغن به صورت یکنواخت به حالت تعلیق درآید، حرارت دهید. اگر ظرف اصلی قوطی فلزی یا شیشه‌ای است و بیش از سه چهارم آن پر است، کل نمونه را به بطری شیشه‌ای شفاف که ظرفیت آن حداقل یک سوم بیش‌تر از حجم نمونه است انتقال دهید. تمام مقادیر ناچیز رسوب را هم با تکان دادن شدید قسمت‌های رسوب، از ظرف اصلی به بطری انتقال دهید.

یادآوری- هنگامی که نمونه‌های آزمایشگاهی مشخصاً عاری از رسوب هستند، از روش گرمایشی که شرح داده شد صرف‌نظر می‌شود.

۳-۶ پس از تعلیق کامل تمام رسوب، آزمون یا کسر مناسبی از آن را با فشار از میان یک صفحه مشبک با مش ۱۰۰ عبور دهید تا ذرات بزرگ آلودگی دفع شود.

۷ آماده‌سازی سامانه الکتروود

۱-۷ نگهداری الکتروودها

۱-۱-۷ الکتروود شیشه‌ای (بند ۵-۱-۲) را در فواصل زمانی مکرر (در صورت استفاده مداوم، کم‌تر از یک‌بار در هفته نباشد) با غوطه‌ور کردن در محلول تمیز اسید کرومیک سرد تمیز کنید. از مواد شوینده مناسب به‌جای محلول تمیز اسید کرومیک می‌توان استفاده کرد.

یادآوری- برای جلوگیری از آسیب رسیدن به الکتروود، هنگام تمیز کردن، آن را فقط به مدت چند دقیقه در اسید کرومیک غوطه‌ور کنید.

۲-۱-۷ الکتروود مرجع کالومل (بند ۵-۱-۳) را حداقل یک بار در هفته تخلیه کنید و دوباره با الکتروولیت تازه KCl (بند ۴-۱۰) پر کنید. مطمئن شوید که KCl متبلور است. همیشه سطح الکتروولیت در الکتروود کالومل را بالاتر از مایع در بشر تیتراسیون نگه‌دارید.

۳-۱-۷ وقتی از الکتروودها استفاده نمی‌شود، آن‌ها را تا کم‌تر از نصف در آب غوطه‌ور کنید. برای هر دوره زمانی محسوس بین تیتراسیون‌ها، اجازه ندهید الکتروودها به حالت غوطه‌ور در حلال تیتراسیون باقی بمانند. هر چند الکتروودها به طور خاص شکننده نیستند، ولی همیشه با دقت آن‌ها را جابجا کنید.

۲-۷ آماده‌سازی الکتروودها

۱-۲-۷ قبل و بعد از استفاده، الکتروود شیشه‌ای را به‌طور کامل با پارچه تمیز و یا دستمال جاذب نرم، پاک کنید و با آب شستشو دهید. الکتروود مرجع کالومل را با پارچه یا دستمال پاک کنید، با دقت بازوی پایه شیشه‌ای را خارج و به‌طور کامل هر دو سطح زمینه را پاک کنید.

۲-۲-۷ روکش را در حالی که شل است تعویض کنید و اجازه دهید چند قطره از الکترولیت روی اتصال رده شیشه‌ای بریزد. سطح رده را به‌طور کامل با الکترولیت مرطوب کنید، روکش را به‌طور محکم در جای خود قرار دهید و الکتروده را با آب شستشو دهید.

۳-۲-۷ قبل از هر تیتراسیون، الکترودها را درست قبل از استفاده به مدت حداقل ۵ min در آب خیس کنید و آب اضافی سر الکترودها را با پارچه یا دستمال خشک کنید.

۳-۷ آزمایش الکترودها

۱-۳-۷ ترکیب الکترودها/اندازه‌گیر را وقتی برای بار اول استفاده می‌شوند، یا وقتی الکترودهای تازه نصب می‌شود آزمایش کنید و مجدداً در فواصل زمانی پس از آن با فروبردن الکترودها در مخلوطی از ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون و ۱ ml (۱ تا ۱٫۵) از محلول KOH الکلی ۰٫۱ mol/l (بند ۴-۱۱)، آزمایش کنید.

۲-۳-۷ ترکیب الکترودها/اندازه‌گیر برای استفاده در زمانی که تغییرات پتانسیل بیش از ۲۸۰ mv از پتانسیل بین الکترودهای مشابه در موقع غوطه‌ور شدن در محلول بافر غیرآبی اسیدی (بند ۴-۱) می‌باشد، مناسب است.

یادآوری- تمیز کردن کامل الکترودها، دورنگه‌داشتن اتصالات رده دار شیشه‌ای از مواد خارجی و آزمایش منظم الکترودها در به-دست‌آوردن پتانسیل‌های تجدیدپذیر، بسیار مهم است، چون آلودگی ممکن است پتانسیل‌های در تماس با مایع را نامنظم و نامشخص و غیر قابل پیش‌بینی معرفی کند. هرچند، هنگامی که نقاط پایان از میان نقاط عطف روی منحنی تیتراسیون انتخاب می‌شوند، این موضوع در درجه دوم اهمیت قرار دارد، ولی هنگامی که نقاط پایان از میان پتانسیل‌های سل ثابت شده دلخواه انتخاب می‌شوند، کاملاً جدی می‌شود.

۸ استانداردسازی وسایل

۱-۸ تعیین خوانش‌های اندازه‌گیر برای محلول‌های بافر غیرآبی متناسب با نقاط پایانی اسیدی

برای اطمینان از انتخاب مقایسه‌ای نقاط پایان، هنگامی که نقاط عطف تعریف شده در منحنی تیتراسیون به‌دست نمی‌آید، روزانه برای هر جفت الکترودها، خوانش‌های اندازه‌گیر به‌دست‌آمده با محلول‌های بافر غیرآبی اسیدی (بند ۴-۱) یا بازی (بند ۴-۲) را تعیین کنید.

۲-۸ الکترودها را طبق شرح بند ۲-۷ تهیه و آن‌ها را در محلول بافر غیرآبی غوطه‌ور کنید و به مدت ۵ min هم بزینید. محلول بافر را در دمای ۲ °C که در آن دما تیتراسیون‌ها باید انجام گیرد، نگهداری کنید. ولتاژ سل را بخوانید. خوانش‌های به‌دست‌آمده، به‌عنوان نقاط پایانی در منحنی‌های تیتراسیون که نقطه عطفی ندارند، در نظر گرفته می‌شوند.

۹ روش انجام آزمون عدد اسیدی کل و عدد اسیدی قوی

۱-۹ مقدار وزن شده‌ای از نمونه، که در جدول ۱ بیان شده است، و ۱۲۵ ml حلال تیتراسیون را به داخل بشر ۲۵۰ ml (بند ۴-۱۳) بریزید. الکترودها را طبق بند ۲-۷ آماده کنید.

بشر را در محل تیتراسیون قرار دهید و موقعیت آن را طوری تنظیم کنید که نصف الکترودها در محلول فرو روند. همزن (بند ۵-۱-۴) را روشن کنید و محلول را با سرعت مناسب با ایجاد تلاطم و بدون پاشیدگی به اطراف در طول مدت تیتراسیون و نیز بدون اختلاط با هوا هم بزنید.

جدول ۱- اندازه آزمون

دقت توزین، g	جرم آزمون، g	عدد اسیدی
۰٫۱۰	$۲۰٫۰ \pm ۲٫۰$	۱٫۰ تا ۰٫۰۵
۰٫۰۲	$۵٫۰ \pm ۰٫۵$	۵٫۰ تا ۱٫۰
۰٫۰۰۵	$۱٫۰ \pm ۰٫۱$	۲۰ تا ۵
۰٫۰۰۱	$۰٫۲۵ \pm ۰٫۰۲$	۱۰۰ تا ۲۰
۰٫۰۰۰۵	$۰٫۱ \pm ۰٫۰۱$	۲۵۰ تا ۱۰۰

۲-۹ بورت را با محلول $۰٫۱ \text{ mol/l KOH}$ الکی (بند ۴-۱۰) پر کنید و آن را در موقعیت مناسب روی سل سوار کنید و مواظب باشید که نوک بورت تا حدود ۲۵ ml در مایع بشر فرو رود. مقدار اولیه بورت و خوانش‌های اندازه‌گیر (پتانسیل سل) را ثبت کنید.

۳-۹ روش تیتراسیون دستی

۱-۳-۹ قسمت‌های کوچک مناسبی از محلول $۰٫۱ \text{ mol/l KOH}$ الکی را اضافه کنید و منتظر بمانید تا پتانسیل ثابت ایجاد گردد و سپس خوانش‌های بورت و اندازه‌گیر را ثبت کنید.

یادآوری- در نظر داشته باشید که وقتی پتانسیل سل کم‌تر از ۵ mv/min تغییرات دارد ثابت است. این بدین معنی است که با افزایش $۰٫۰۵ \text{ ml}$ محلول، تقریباً باید $(۱ \text{ تا } ۲)$ به ازای هر ۱۰۰ mv پتانسیل منتظر ماند، و با افزایش $۰٫۱ \text{ ml}$ ممکن است $(۳ \text{ تا } ۵)$ نیاز باشد.

۲-۳-۹ در شروع تیتراسیون و در هر ناحیه بعدی (نقاط عطف) که در آن $۰٫۱ \text{ ml}$ از محلول $۰٫۱ \text{ mol/l KOH}$ تغییر کلی پایدار بیش از ۳۰ mv در سل پتانسیل ایجاد می‌کند، $۰٫۰۵ \text{ ml}$ از محلول را اضافه کنید.

۳-۳-۹ در نواحی میانی که $۰٫۱ \text{ ml}$ از محلول $۰٫۱ \text{ mol/l KOH}$ الکی، پتانسیل سل را کم‌تر از ۳۰ mv تغییر می‌دهد، مقادیر بیش‌تری که برای ایجاد تغییر کل پتانسیل تقریباً برابر و نه بیش‌تر از ۳۰ mv کافی است، اضافه کنید.

۴-۳-۹ با این شیوه، تیتراسیون را انجام دهید تا وقتی که تغییرات پتانسیل کم‌تر از ۵ mv به ازای هر $۰٫۱ \text{ ml}$ محلول KOH اضافه شده باشد و پتانسیل سل نشان می‌دهد که محلول، قلیایی‌تر از بافر بازی غیرآبی است.

۵-۳-۹ محلول تیتراشده را خارج کرده و الکترودها و سر بورت را با حلال تیتراسیون، سپس با ایزوپروپانول و

در نهایت با آب شستشو دهید. برای حفظ لایه ژله آبی الکتروود شیشه‌ای، قبل از انجام تیتراسیون بعدی، الکتروودها را به مدت حداقل ۵ min در آب مقطر فرو ببرید. وقتی از الکتروودها استفاده نمی‌کنید آن‌ها را در آب مقطر نگه‌دارید. اگر الکتروودها کثیف یا آلوده باشند طبق بند ۷ اقدام کنید.

۴-۹ روش تیتراسیون خودکار

۱-۴-۹ دستگاه را مطابق دستورالعمل سازنده به پیروی از پتانسیل مورد نیاز حالت تعادلی برقرار شده برای تیتراسیون دستی که در بند ۱-۳-۹ شرح داده شد، تنظیم کنید و/یا در یک حالت متغیر، نرخ تحویل مداوم تیتراسیون با نرخ تحویل کم‌تر از ۰/۲ ml/min در طول تیتراسیون و ترجیحاً ۰/۰۵ ml/min از میان ناحیه نقطه عطف یا در نقطه پایان متناسب با نقطه یافت شده برای محلول بافر بازی غیرآبی استاندارد، عمل کنید.

۲-۴-۹ با تیتراسیون خودکار پیش بروید و منحنی‌های پتانسیومتری یا منحنی‌های مشتق در صورت وجود را ثبت کنید.

۳-۴-۹ در این شیوه تیتراسیون را با محلول 0.1 mol/l KOH الکی انجام دهید تا وقتی که پتانسیل ثابت شود [برای مثال، پتانسیل کم‌تر از ۵ mv به ازای محلول 0.1 ml KOH (نقطه پایانی خودکار) تغییر می‌کند] یا تا وقتی که خوانش‌های پتانسیل نشان دهد که محلول تیتراسیون بازی‌تر (قلیایی‌تر) از محلول بافر بازی غیرآبی تازه تهیه شده است (نقطه پایانی از پیش انتخاب شده است).

۴-۴-۹ پس از اتمام تیتراسیون، الکتروودها و نوک بورت را با حلال تیتراسیون سپس با ایزوپروپانول و در نهایت با آب شستشو دهید. به منظور بازگرداندن لایه ژله آبی الکتروود شیشه‌ای، قبل از انجام تیتراسیون دیگر، الکتروودها را به مدت حداقل ۵ min در آب مقطر فرو ببرید. وقتی از الکتروودها استفاده نمی‌کنید آن‌ها را در آب مقطر نگه‌دارید. اگر الکتروودها کثیف یا آلوده باشند طبق بند ۷ اقدام کنید.

۵-۹ آزمون تهی

یک تیتراسیون خالی با ۱۲۵ ml حلال تیتراسیون برای هر سری از نمونه‌ها درست کنید. برای تیتراسیون دستی، محلول 0.1 mol/l KOH الکی را با افزایش ۰/۰۵ ml اضافه کنید و خوانش‌های اندازه‌گیر و بورت را وقتی پتانسیل ثابت شد، ثبت کنید. برای تیتراسیون خودکار، مثل بند ۴-۹ اقدام کنید.

۱۰ بیان نتایج

نتایج باید به‌عنوان عدد اسیدی یا عدد اسیدی قوی مناسب بیان گردد.

۱-۱۰ روش تیتراسیون دستی

حجم‌های محلول 0.1 mol/l KOH الکی اضافه شده را در مقابل خوانش‌های اندازه‌گیر متناسب رسم کنید (شکل ۲). به‌عنوان نقطه پایانی، فقط نقطه عطف که تعریف شده است و به ولتاژ سل نزدیک‌تر است را علامت بزنید. این نقطه متناسب با نقطه‌ای است که با محلول بافر اسیدی یا بازی غیرآبی تازه تهیه شده است. اگر نقاط عطف به طور مناسب تعیین نشوند یا هیچ نقطه عطفی ظاهر نشود (شکل ۲، منحنی B)، نقطه پایانی را در خوانش اندازه‌گیر متناسب با نقطه به‌دست‌آمده با بافر غیرآبی مناسب، علامت بزنید.

برای تمام تیتراسیون‌های روغن‌های کارکرده، به‌عنوان نقطه پایانی، نقطه روی منحنی که مرتبط با خوانش اندازه‌گیر به‌دست‌آمده با بافر اسیدی غیرآبی تازه تهیه شده است، را علامت بزنید.

یادآوری ۱- نقطه عطف، به‌طور کلی، به‌عنوان نقطه‌ای که در آن چندین افزایش متوالی ۰/۰۵ ml محلول KOH که هرکدام تغییر پتانسیل سل بزرگ‌تر از ۱۵ mv تولید می‌کنند و حداقل ۳۰٪ بزرگ‌تر از تغییر ایجاد شده در افزایش‌های قبلی یا بعد از آن با همان اندازه است، از طریق بازرسی مشخص می‌شود. به‌طور کلی نقاط عطف مشخص ممکن است تنها در نواحی که از افزایش‌های هم-اندازه استفاده می‌گردد، تشخیص داده شود.

یادآوری ۲- کار مشترک انجام شده روی تعیین عدد اسیدی روغن‌های تازه، کنسانتره‌های افزودنی و روغن‌های کارکرده نشان داده است که نقاط عطف تعریف شده برای روغن‌های تازه و کنسانتره‌های افزودنی و به‌طور کلی نقاط عطف نامشخص یا بدون نقاط عطف، برای روغن‌های کارکرده تعریف شده است.

۲-۱۰ روش تیتراسیون خودکار

نقاط نهایی به‌دست‌آمده در بند ۹-۴ را روی منحنی‌ها، مشابه روند مورد استفاده برای تیتراسیون دستی، علامت-گذاری کنید (بند ۱۰-۱).

۳-۱۰ روش محاسبه (با قابلیت کاربرد برای روش دستی و خودکار)

عدد اسیدی کل و عدد اسیدی قوی را بر حسب mg KOH بر g نمونه، که طبق معادلات زیر بیان می‌شود، محاسبه کنید:

$$\text{عدد اسیدی کل} = \frac{(v_1 - v_0) \times c_3 \times 56.1}{m}$$

$$\text{عدد اسیدی قوی} = \frac{(c_3 v_2 + c_4 v_3) \times 56.1}{m}$$

که در آن:

v_0 حجم مورد استفاده برای تیتراسیون آزمون تهی، بر حسب ml محلول KOH الکلی (بند ۴-۱۱)؛

v_1 حجم مورد استفاده در تیتراژ کردن نمونه در نقطه نهایی (بند ۱۰-۱) یا (بند ۱۰-۲)، بر حسب ml محلول KOH الکلی (بند ۴-۱۱)؛

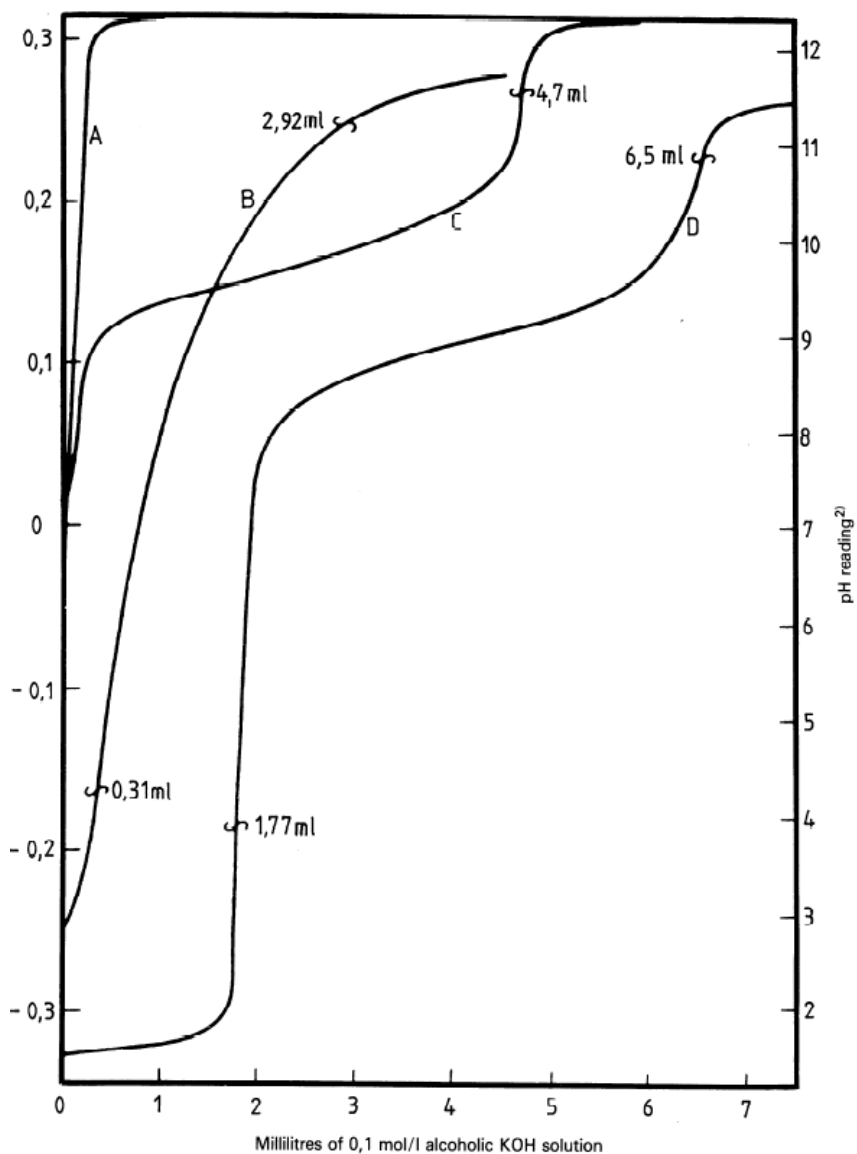
v_2 حجم مورد استفاده در تیتراژ کردن نمونه در نقطه نهایی که در خوانش اندازه‌گیر متناسب با بافر غیرآبی اسیدی (بند ۴-۱) به‌دست می‌آید، بر حسب ml محلول KOH الکلی (بند ۴-۱۱)؛

v_3 حجم مورد استفاده در تیتراژ کردن حلال تهی در نقطه پایانی که در خوانش اندازه‌گیر متناسب با بافر غیرآبی اسیدی (بند ۴-۱) به‌دست می‌آید، بر حسب ml محلول HCl الکلی (بند ۴-۷).

c_3 غلظت واقعی محلول KOH الکلی (بند ۴-۱۱)، بر حسب mol/l؛

c_4 غلظت واقعی محلول HCl الکلی (بند ۴-۷)، بر حسب mol/l؛

m جرم نمونه بر حسب g است.



راهنما:

- منحنی A تهی در ۱۲۵ ml حلال تیتراسیون
 منحنی B ۱۰۰۰ g روغن کارکرده محفظه میل‌لنگ به اضافه ۱۲۵ ml حلال تیتراسیون. از آن‌جایی که هیچ خمش تیزی مشهود نیست، نقاط پایانی در خوانش اندازه‌گیر به‌دست‌آمده با دو محلول بافر غیرآبی انتخاب می‌شود.
 منحنی C ۱۰۰۰ g روغن حاوی اسید ضعیف به اضافه ۱۲۵ ml حلال تیتراسیون. نقطه پایانی به‌عنوان نقطه‌ای که بیش‌تر به عمود نزدیک است انتخاب می‌شود.
 منحنی D ۱۰۰۰ g روغن حاوی اسید ضعیف و قوی به اضافه ۱۲۵ ml حلال تیتراسیون. نقاط پایانی به‌عنوان نقاطی که منحنی بیش‌تر به عمود نزدیک است، انتخاب می‌شود.

1- در بعضی اندازه‌گیرها علامت ولتاژ معکوس شده است.

2- همان‌طور که در شکل نشان داده شده است، در بعضی از ابزارها، ارتباط بین پتانسیل الکتروود شیشه‌ای و خوانش PH تقریبی است.

شکل ۲- مثالی از منحنی‌های تیتراسیون

۱-۱۱ عدد اسیدی

۱-۱-۱۱ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج آزمون‌های متوالی به دست آمده توسط یک اپراتور با وسایل یکسان، تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در درازمدت، با عملکرد صحیح و نرمال روش آزمون، فراتر از مقادیر نشان داده شده در جدول ۲، تنها یک مورد در بین بیست مورد خواهد بود.

جدول ۲- تکرارپذیری تعیین عدد اسیدی

روغن کارکرده در نقاط پایان بافر		غلظت نفت تازه و افزودنی‌ها در نقاط عطف		
خودکار	دستی	خودکار	دستی	روش تیتراسیون
۱۲	۵	۶	۷	درصد میانگین

۲-۱-۱۱ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که توسط دو اپراتور مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت روی مواد یکسان انجام گرفته است، در درازمدت، با عملکرد صحیح و نرمال روش آزمون، فراتر از مقادیر نشان داده شده در جدول ۳، تنها یک مورد در بیست مورد خواهد بود.

جدول ۳- تجدیدپذیری تعیین عدد اسیدی

روغن کارکرده در نقاط پایان بافر		غلظت نفت تازه و افزودنی‌ها در نقاط عطف		
خودکار	دستی	خودکار	دستی	روش تیتراسیون
۴۴	۳۹	۲۸	۲۰	درصد میانگین

۲-۱۱ عدد اسیدی قوی

به دلیل استفاده به ندرت این روش در آنالیز نمونه، داده دقت ثبت نشده است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش باید حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۲ نوع و مشخصات محصول مورد آزمون؛
- ۲-۱۲ ارجاع به این استاندارد؛
- ۳-۱۲ نتیجه آزمون (بند ۱۰)؛
- ۴-۱۲ هرگونه انحراف از روش تعیین شده، با یا بدون توافق؛
- ۵-۱۲ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [1] ISO 6618, Petroleum products and lubricants - Neutralization number - Colour-indicator titration method
- [2] ISO 3771, Petroleum products - Total base number - Perchloric acid potentiometric titration method
- [3] ISO 7537, Petroleum products - Determination of total acid number - Semi-micro colour-indicator titration method.