



SIRAF PETRO AZMA

INSO

199

3rd.Revision

2015



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

پتروآزمای سراف

شناسه ملی: ۱۴۰۰۷۵۷۰۳۷۹
شماره ثبت: ۶۴۴۵۱



استاندارد ملی ایران

۱۹۹

تجدید نظر سوم

۱۳۹۳

فرآورده‌های نفتی – اندازه‌گیری عدد اسیدی
و بازی به روش تیتراسیون با شناساگر
رنگی – روش آزمون

**Petroleum products — Determination of
acid and base number by color-Indicator
titration- Test method**

ICS : 75. 080 . 75. 100



info@spazma.ir



www.spazma.ir



+98(51) 360 73629



+98(51) 360 64434



آدرس: مشهد، بلوار آزادی، آزادی ۲۷، ساختمان شماره ۱۸۳
No.183, Azadi 27th, Azadi Blvd, Mashhad, Iran



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، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، 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 میشود 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 میدهد 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 استانداردهای 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) و 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 آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و 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 Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فرآورده‌های نفتی – اندازه‌گیری عدد اسیدی و بازی به روش تیتراسیون با شناساگر رنگی –

روش آزمون»

تجدید نظر سوم

رئیس:

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

دبیر:

صنعتگر دلشاد، الهام
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

بابازاده، فرشته
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس استاندارد

بیگلری، حسن
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

شیخ علیزاده، کاملیا
(کارشناس شیمی)

پالایشگاه نفت پارس

صیافی، سید مهدی
(کارشناس شیمی)

شرکت پالایش الموت آبادان

عندلیبی، مریم
(کارشناس شیمی)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۳	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۷ آماده‌سازی نمونه‌های روغن کارکرده
۶	۸ روش انجام آزمون برای عدد اسیدی
۷	۹ روش انجام آزمون برای عدد بازی
۷	۱۰ روش انجام آزمون برای عدد اسیدی قوی
۸	۱۱ بازرسی‌های کنترل کیفیت (QC)
۸	۱۲ محاسبات
۹	۱۳ گزارش آزمون
۱۰	۱۴ دقت و اریبی
۱۲	پیوست الف (اطلاعاتی) ویژگی‌های پارا نفتل بنزین
۱۳	پیوست ب (اطلاعاتی) روش آزمون تعیین محدوده pHr شناساگر پارا نفتل بنزین

پیش‌گفتار

استاندارد «فرآورده‌های نفتی- اندازه‌گیری عدد اسیدی و بازی به روش تیتراسیون با شناساگر رنگی - روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۴۷ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط (شرکت رویان پژوهان سینا) و تایید کمیسیون‌های مربوط برای سومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در سی و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۰/۲۰ تصویب شد. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۹ سال ۱۳۸۶ است.

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

ASTM D 974:2012, Standard Test Method for Acid and Base Number by Color-Indicator Titration

فرآورده‌های نفتی کار کرده یا کار نکرده ممکن است شامل ترکیبات بازی یا اسیدی به صورت مواد افزودنی یا فرآورده‌های ناشی از تجزیه ترکیبات در حین کار، از قبیل فرآورده‌های حاصل از اکسایش باشند. مقدار نسبی این مواد را می‌توان با اندازه‌گیری به روش تیتراسیون با اسید یا باز معین نمود. این عدد که به صورت عدد اسیدی یا عدد بازی بیان می‌شود، به ترتیب نشان‌دهنده مقدار مواد اسیدی یا بازی موجود در روغن تحت شرایط آزمون می‌باشد. عدد اسیدی یا بازی به عنوان راهنمایی برای کنترل کیفیت فرمولاسیون روغن‌های روان‌کننده استفاده می‌شود. همچنین این عدد نیز برای نشان دادن میزان تجزیه شدن روغن روان‌کننده در حین کار استفاده می‌شود، اما باید توجه داشت که حدود مجاز افزایش یا کاهش عدد اسیدی یا بازی به طریق تجربی معین می‌گردد.

از آنجایی که فرآورده‌های گوناگون ناشی از اکسایش، بر مقدار عدد اسیدی تاثیر می‌گذارند و اسیدهای آلی نیز از نظر خواص خوردگی بسیار متفاوت می‌باشند، از این آزمون نمی‌توان برای پیش‌بینی میزان خوردگی یک روغن در شرایط کار استفاده نمود. هیچ رابطه کلی بین عدد اسیدی و تمایل روغن‌ها به خوردگی فلزات شناخته نشده است. در این روش آزمون روغن‌های موتور دارای مواد افزودنی معمولاً می‌توانند هم خاصیت اسیدی و هم خاصیت بازی داشته باشند.

فرآورده‌های نفتی – اندازه‌گیری عدد اسیدی و بازی به روش تیتراسیون با شناساگر رنگی – روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری اقدامات ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن برعهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار ترکیبات اسیدی یا بازی (به یادآوری ۱ مراجعه کنید) موجود در فرآورده‌های نفتی و روغن‌های روان کننده محلول یا تقریباً محلول در مخلوط‌های تولوئن و ایزوپروپیل الکل، می‌باشد. این استاندارد برای تعیین اسیدها و بازهایی که ثابت تفکیک آن‌ها در آب، بزرگ‌تر از 10^{-9} باشد، کاربرد دارد و برای اسیدها و بازهای فوق‌العاده ضعیف که ثابت تفکیک آن‌ها کمتر از 10^{-9} باشد، کاربرد ندارد. نمک‌های دارای ثابت هیدرولیز بیش از 10^{-9} نیز در واکنش وارد می‌شوند.

یادآوری ۱- در روغن‌های کارکرده و کارنکرده، ترکیباتی که دارای خاصیت اسیدی می‌باشند، شامل اسیدهای آلی و معدنی، استرها، ترکیبات فنلی، لاکتون‌ها، رزین‌ها، نمک‌های فلزات سنگین و عوامل افزودنی از قبیل بازدارنده‌ها و مواد پاک‌کننده می‌باشند. به همین ترتیب، ترکیباتی که دارای خاصیت بازی می‌باشند، شامل بازهای آلی و معدنی، ترکیبات آمینه، نمک‌های اسیدهای ضعیف (صابون‌ها)، نمک‌های بازی بازهای چند ظرفیتی، نمک‌های فلزات سنگین و مواد افزودنی از قبیل بازدارنده‌ها و مواد پاک‌کننده می‌باشند.

یادآوری ۲- این استاندارد برای اندازه‌گیری ترکیبات بازی بسیاری از مواد افزودنی نوع بازی در روغن‌های روان‌کننده مناسب نیست. برای این منظور از استاندارد ملی ایران شماره ۲۷۷۲ استفاده کنید.

۱-۲ از این روش می‌توان برای نشان دادن تغییرات نسبی ایجاد شده در یک روغن به هنگام کاربرد آن در شرایط اکسایش، استفاده نمود. هر چند تیتراسیون در شرایط معین تعادلی انجام می‌شود، ولی این روش مقدار مطلق خواص اسیدی و بازی را که برای پیش‌بینی کارایی یک روغن در شرایط عملکرد آن مفید است، تعیین نمی‌کند. هیچ رابطه کلی بین خوردگی یا طاقان و عدد اسیدی یا بازی شناخته نشده است.

یادآوری - در مورد روغن‌هایی نظیر بسیاری از روغن‌های برش و تراش، روغن‌های ضد زنگ و روغن‌های دارای مواد افزودنی مشابه، یا روغن‌های بسیار تیره رنگی که نمی‌توان آن‌ها را به وسیله این روش، مورد آزمون قرار داد (به علت نامعلوم بودن نقطه تغییر رنگ به هنگام تیتراسیون) روش پتانسیومتری ذکر شده در استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰ توصیه می‌شود. عدد اسیدی به دست آمده از این روش ممکن است دقیقاً با عدد حاصل از روش ذکر شده در استاندارد فوق برابر نباشد. همچنین عدد بازی به دست آمده از این روش نیز ممکن است دقیقاً با عدد حاصل از روش ذکر شده در استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰ یکسان نباشد، ولی عموماً از نظر مقدار به هم نزدیک می‌باشند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰، فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری عدد اسیدی فرآورده‌های به وسیله تیتراسیون پتانسیومتری - روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۷۷۲، فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری عدد قلیایی - روش تیتراسیون پتانسیومتری پرکلریک اسید

2-4 ASTM D117, Guide for Sampling, Test Methods, and Specifications for Electrical Insulating Oils of Petroleum Origin

2-5 ASTM D 4175, Terminology Relating to Petroleum, Petroleum Products, and Lubricants

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳ عدد اسیدی^۱

مقدار باز لازم، بر حسب میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم نمونه، که برای تیتراسیون نمونه در حلال مشخص تا نقطه پایانی مشخص با استفاده از سامانه آشکارساز ویژه مورد نیاز می‌باشد.

یادآوری- در این روش شناساگر، پارا نفتل بنزین می‌باشد که با حلال تولوئن-آب-ایزوپروپانول، نقطه پایانی را سبز یا سبز مایل به قهوه‌ای نشان می‌دهد.

۲-۳ عدد بازی^۲

مقدار اسید لازم، بر حسب میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم نمونه، که برای تیتراسیون نمونه در حلال مشخص تا نقطه پایانی مشخص با استفاده از سامانه آشکارساز ویژه مورد نیاز می‌باشد.

یادآوری- در این روش شناساگر، پارا نفتل بنزین می‌باشد که با حلال تولوئن-آب-ایزوپروپانول، نقطه پایانی را نارنجی نشان می‌دهد.

1- Acid number

2- Base number

۳-۳ روغن کارکرده^۱

روغن استفاده شده یا استفاده نشده موجود در یک قطعه از دستگاه، نظیر یک موتور، جعبه دنده، ترانسفورماتور یا توربین.

۴-۳ عدد اسیدی قوی^۲

مقدار باز لازم، بر حسب میلی گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم نمونه که برای تیتراسیون آب داغ استخراج شده از نمونه با استفاده از محلول متیل اورانژ و ظهور نقطه پایانی قهوه‌ای طلایی مورد نیاز می‌باشد.

۴ اصول آزمون

برای تعیین عدد اسیدی یا بازی، نمونه در مخلوطی از تولوئن و ایزوپروپیل الکل که حاوی مقدار کمی آب است، حل شده و محلول تک فاز حاصل با محلول استاندارد الکلی بازی و اسیدی در دمای اتاق تیتراسیون می‌شود. نقطه پایان تیتراسیون، با تغییر رنگ شناساگر محلول پارانفتل بنزین^۳ (نارنجی در محیط اسیدی و سبز مایل به قهوه‌ای در محیط بازی) تعیین می‌شود. برای تعیین عدد اسیدی قوی، قسمت دیگری از نمونه که با آب گرم استخراج شده با محلول پتاسیم هیدروکسید استاندارد در حضور شناساگر متیل اورانژ تیتراسیون می‌شود.

۵ وسایل

۱-۵ بورت، با ابعاد زیر:

- بورت ۵۰ میلی لیتری با زینه‌بندی ۰٫۱ ml
- بورت ۱۰ میلی لیتری با زینه‌بندی ۰٫۰۵ ml
- بورت ۵ میلی لیتری با زینه‌بندی ۰٫۰۲ ml

یادآوری- از بورت خودکار با دقت ۰٫۰۵ ml نیز می‌توان استفاده کرد، اما دقت اطلاعات فقط باید با بورت دستی به دست آید.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۶ خلوص واکنشگرها، برای انجام آزمون از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای مشخص استفاده کنید. چنانچه از موادی با درجات خلوص پائین‌تر استفاده می‌نمائید، توجه کنید که ناخالصی‌های موجود در درستی اندازه‌گیری تاثیری نداشته باشد.

۲-۶ خلوص آب، آب مقطر مورد استفاده باید مطابق نوع ۲،۱ یا ۳ در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ باشد.

۳-۶ ایزوپروپیل الکل، بدون آب (دارای کمتر از ۰٫۹٪ آب)، (هشدار- آتشگیر).

1- Used oil
2- Strong acid number
3- p-naphtholbenzein

۴-۶ محلول هیدروکلریک اسید، ۰/۱ M، ۹ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (هشدار- خورنده است و بخارهای آن سبب سوزش و تحریک می‌شوند) با چگالی نسبی ۱/۱۹ را با ۱۰۰۰ ml ایزوپروپیل الکل بدون آب (۲- پروپانول) مخلوط کنید (به بند ۷-۳ مراجعه کنید). سپس مولاریته محلول را با دقت ۰/۰۰۰۵ استاندارد کنید (به یادآوری ۲ مراجعه کنید). این عمل را ترجیحا به روش الکترومتری، با استفاده از تقریبا ۸ ml (حجم را دقیقا اندازه بگیرید) محلول الکلی پتاسیم هیدروکسید ۰/۱ M که با ۱۲۵ ml آب مقطر عاری از دی اکسیدکربن رقیق شده است، انجام دهید. هنگامی که تیتراسیون الکترومتری برای استاندارد کردن استفاده می‌شود، نقطه پایانی باید مشخص‌ترین نقطه عطف نزدیک به ولتاژ ظرف^۱ (پیل) برای اندازه‌گیری محلول بافر اسیدی باشد. در صورتی که تیتراسیون رنگ‌سنجی برای استاندارد کردن استفاده می‌شود، با استفاده از شناساگر متیل اورانژ تیتراسیون را تا ظهور اولین رنگ نارنجی پایدار انجام دهید.

یادآوری ۱- در صورت استفاده از واکنشگرهای تجاری به جای مواد خالص آزمایشگاهی، به توضیحات بند ۶-۱ توجه کنید.

یادآوری ۲- برای سهولت محاسبه، محلول‌های استاندارد پتاسیم هیدروکسید و هیدروکلریک اسید را می‌توان به نحوی تنظیم نمود که ۱ ml آنها، معادل با ۵/۰۰ mg پتاسیم هیدروکسید باشد. سدیم هیدروکسید و اسید سولفوریک را نیز می‌توان به ترتیب جایگزین پتاسیم هیدروکسید و هیدروکلریک اسید نمود.

۵-۶ محلول شناساگر متیل اورانژ، مقدار ۰/۱ g متیل اورانژ را در ۱۰۰ ml آب حل کنید.

۶-۶ محلول شناساگر پارا نفتل بنزین، پارا نفتل بنزین باید با ویژگی‌های مندرج در پیوست الف، مطابقت داشته باشد. مقدار (1.0 ± 0.1) g از این ماده را در یک لیتر حلال تیتراسیون حل کنید.

۷-۶ محلول الکلی استاندارد پتاسیم هیدروکسید، ۰/۱ M، در یک ارلن دو لیتری، ۶ g پتاسیم هیدروکسید جامد (هشدار- برای بافت‌های بدن به شدت خورنده است) را به حدود یک لیتر ایزوپروپیل الکل بدون آب (دارای کمتر از ۰/۹ درصد آب) اضافه کنید. مخلوط را به آرامی به مدت ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه بجوشانید. برای جلوگیری از تشکیل توده جامد در ته ارلن آن را تکان دهید. سپس حداقل ۲ g باریم هیدروکسید (هشدار- چنانچه خورده شود سمی است و خاصیت قلیایی بسیار قوی آن موجب تحریک شدید و آماس پوست می‌شود) را اضافه کنید و دوباره به مدت ۵ دقیقه تا ۱۰ دقیقه به آرامی بجوشانید. مخلوط را تا دمای اتاق خنک کنید و اجازه دهید چند ساعت بماند، سپس مایع رویی را با یک صافی ریز شیشه‌ای یا قیف چینی صافی‌دار صاف کنید. در طول عمل صاف کردن از تماس ضروری و بیش از حد دی‌اکسید کربن جلوگیری کنید. محلول را در یک بطری نگهداری مواد شیمیایی، بدون تماس با درب لاستیکی یا درپوشی که با گریس مخصوص چرب شده باشد، بریزید. درب این بطری باید مجهز به یک لوله محافظ حاوی آب آهک^۲ یا جاذب سیلیکاتی غیر رشته‌ای قلیایی^۳ (نظیر آسکاریت^۴، کربوزورب^۵ یا ایندکارب^۶) باشد.

1- Cell

2- Soda lime

3- Soda nonfibrous silicate absorbent

4- Ascarite

5- Carbosorb

6- Indecarb

۶-۷-۱ استاندارد کردن محلول پتاسیم هیدروکسید، عمل استاندارد کردن را تا وقتی که تغییرات $M 0.005$ شود، انجام دهید. یکی از روش‌های انجام آن به شرح زیر است:
 حدود 0.2 g پتاسیم اسید فتالات را که برای حداقل یک ساعت در دمای $C (110 \pm 1)$ خشک شده است را با تقریب 0.1 mg توزین کرده و در $ml (40 \pm 1)$ آب بدون کربن دی‌اکسید حل کنید. سپس با محلول الکلی پتاسیم هیدروکسید تا به دست آوردن یکی از دو نقطه پایانی زیر تیترا کنید:
 الف- اگر تیتراسیون الکترومتری است، تا به دست آوردن نقطه عطف مشخص در ولتاژی که مطابق با ولتاژ محلول بافری بازی است، تیترا کنید.
 ب- اگر تیتراسیون رنگ‌سنجی است، شش قطره محلول شناساگر فنل فتالین بیفزایید و تا ظهور رنگ صورتی پایدار تیترا کنید. تیتراسیون شاهد را بر روی آب مورد استفاده برای انحلال پتاسیم اسید فتالات انجام دهید. مولاریته را با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$\text{مولاریته} = \frac{W_P}{204.23} \times \frac{1000}{V - V_b} \quad (1)$$

که در آن:

W_P وزن پتاسیم اسید فتالات، بر حسب گرم؛
 20.423 جرم مولکولی پتاسیم اسید فتالات؛
 V حجم تیتراکننده مورد استفاده برای تیترا نمک تا نقطه پایان بر حسب میلی‌لیتر؛
 V_b حجم تیتراکننده مورد استفاده برای تیترا شاهد بر حسب میلی‌لیتر.
 ۶-۷-۲ محلول (0.1 ± 0.01) درصد وزنی فنول فتالین، را با انحلال جامد خالص فنول فتالین در مخلوط ۱+۱ آب عاری از کربن دی‌اکسید و اتانول حل کنید.

یادآوری ۱- استفاده از واکنشگرهای تجاری به جای مواد خالص آزمایشگاهی، مجاز می‌باشد.

یادآوری ۲- به دلیل آنکه ضریب انبساط حجمی محلول‌های آلی مانند ایزوپروپیل الکل نسبتاً بزرگ می‌باشد، استاندارد کردن محلول‌های الکلی باید در دمایی نزدیک به دمای تیتراسیون نمونه‌ها انجام شود.

۶-۸ حلال تیتراسیون، حلال تیتراسیون را با مخلوط کردن ۹۹ حجم تولوئن، ۱ حجم آب و ۱۰۰ حجم ایزوپروپیل الکل بدون آب آماده کنید.

۷ آماده‌سازی نمونه‌های روغن کارکرده

۷-۱ در نمونه‌برداری روغن‌های کارکرده مطابق بند ۷-۲، باید دقت زیادی به عمل آورد، زیرا رسوب حاصل از این نمونه‌ها خود اسیدی یا بازی می‌باشند یا جاذب مواد اسیدی یا بازی هستند. در صورتی که نمونه مورد آزمون، نماینده واقعی همه روغن کارکرده نباشد، در نتیجه خطای زیادی مشاهده خواهد شد.

۷-۲ نمونه روغن کارکرده (به یادآوری ۱ مراجعه کنید) را در ظرف اصلی آن تا دمای $C (60 \pm 5)$ گرم کنید و خوب هم بزنید تا همه رسوب آن به طور یکنواخت در روغن پراکنده شود (به یادآوری ۲ مراجعه کنید). اگر ظرف اصلی از جنس مواد کدر باشد یا این که بیش از سه چهارم آن پر باشد، با دقت همه نمونه

را به ظرف شیشه‌ای تمیز که حداقل گنجایش آن یک سوم بیشتر از حجم نمونه است، انتقال دهید و با تکان دادن شدید نمونه در ظرف اصلی، مقادیر کم رسوب موجود در آن را به ظرف شیشه‌ای بازگردانید. پس از تعلیق کامل رسوب، نمونه را صاف کنید یا یک مقدار مناسب از آن را از یک صافی با مش ۱۰۰ عبور دهید تا ذرات درشت آن گرفته شود (به یادآوری ۱ مراجعه کنید).

یادآوری ۱- اگر نمونه به وضوح عاری از رسوب باشد، می‌توان مرحله گرم کردن (بند ۷-۲) و همچنین صاف کردن را حذف کرد.

یادآوری ۲- از آنجایی که روغن‌های کارکرده در اثر ماندن، تغییرات قابل ملاحظه‌ای می‌کنند، باید بلافاصله پس از حذف از سامانه روان‌کننده، آزمون شوند. تاریخ نمونه‌برداری و آزمون نیز باید ذکر گردد.

۸ روش انجام آزمون برای عدد اسیدی

۸-۱ وزن مشخصی از نمونه را، مطابق جدول ۱، در یک ارلن یا بشر با اندازه مناسب بریزید. ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون و ۰/۵ ml محلول شناساگر بیفزایید و بدون آنکه در ارلن را ببندید، آن را بچرخانید تا نمونه کاملاً در حلال حل شود. در صورتی که مخلوط دارای رنگ زرد مایل به نارنجی باشد، طبق بند ۸-۲ عمل کنید و در صورتی که رنگ آن سبز یا سبز تیره باشد، طبق بند ۱۰ آزمون را ادامه دهید.

یادآوری- در آزمون‌های روزمره، شناساگر می‌تواند قبل از افزودن نمونه با محلول تیتراسیون مخلوط شود.

۸-۲ نمونه را بلافاصله در دمای کمتر از 30°C (به یادآوری ۳ مراجعه کنید) تیترا کنید. کم‌کم به آن محلول پتاسیم هیدروکسید ۰/۱ M اضافه کنید و در همین حال ارلن را بچرخانید تا پتاسیم هیدروکسید اضافه شده، در محلول پراکنده شود (به یادآوری ۱ مراجعه کنید). نزدیک نقطه پایان تیتراسیون، ارلن را به شدت تکان دهید، ولی از انحلال کربن دی‌اکسید در حلال جلوگیری کنید (در مورد روغن‌های اسیدی، نزدیک نقطه پایان، رنگ نارنجی به رنگ سبز یا سبز مایل به قهوه‌ای تغییر می‌کند). در لحظه‌ای که محلول به رنگ سبز یا سبز مایل به قهوه‌ای تغییر کند، در بورت دستی اندازه افزایش را به چند قطره و در بورت خودکار بین ۰/۱ ml و ۰/۰۵ ml کاهش دهید. نقطه پایان تیتراسیون را زمانی در نظر بگیرید که تغییر رنگ سبز یا سبز مایل به قهوه‌ای (به یادآوری ۲ مراجعه کنید) به مدت ۱۵ ثانیه پایدار بماند یا با اضافه کردن دو قطره اسید کلریدریک ۰/۱ M، به حالت اول برگردد.

یادآوری ۱- اگر عدد اسیدی حدود یک یا کمتر از آن است، برای به دست آوردن دقت بیشتر، از محلول‌های ۰/۰۱ M یا ۰/۰۵ M مولار در بندهای ۸-۲ و ۸-۳ استفاده کنید. این جانمایی شامل بهبود بیان دقت نمی‌باشد.

یادآوری ۲- برای تشخیص نقطه پایان تیتراسیون در محلول‌های تیره، بهتر است در نزدیکی نقطه پایان، ارلن را به شدت تکان دهید تا حباب‌های کوچک موقت ایجاد شود و تغییر رنگ حاصل از افزودن آخرین قطرات در کف ارلن مشاهده شود. تغییر رنگ را در زیر نور سفید یک لامپ فلوروسنت مشاهده کنید.

یادآوری ۳- دما را می‌توان با هر وسیله اندازه‌گیری مناسب اندازه گرفت.

یادآوری ۴ - یک وسیله نورسنجی خودکار نیز می‌تواند برای تشخیص نقطه پایانی تیتراسیون به کار رود. در این صورت، دقت تخمین زده شده در بند ۱۴ برای این نوع تیتراسیون کاربرد ندارد.

۳-۸ تیتراسیون شاهد، این تیتراسیون را با ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون در مجاورت ۰.۵ ml محلول شناساگر و با افزودن ۰.۱ ml یا کمی بیشتر پتاسیم هیدروکسید ۰.۱ M انجام دهید.

۱-۳-۸ حلال تیتراسیون معمولا دارای ناخالصی‌های اسیدی ضعیفی است که با ترکیبات بازی قوی نمونه واکنش می‌دهند. برای تصحیح عدد بازی نمونه، لازم است با استفاده از محلول شاهد، عدد اسیدی حلال را اندازه‌گیری کنید.

جدول ۱- مقدار نمونه الف

دقت وزن، g	مقدار نمونه، g	عدد اسیدی یا عدد بازی
روغن‌های کارنکرده یا دارای رنگ روشن		
۰.۰۵	2.0 ± 0.2	۰.۱ تا ۳.۰
۰.۰۱	2.0 ± 0.2	بیش از ۳.۰ تا ۲۵.۰
۰.۰۰۱	0.2 ± 0.02	بیش از ۲۵.۰ تا ۲۵۰.۰
روغن‌های کارکرده یا تیره رنگ		
۰.۰۱	2.0 ± 0.2	۰.۱ تا ۲۵.۰
۰.۰۰۱	0.2 ± 0.02	بیش از ۲۵.۰ تا ۲۵۰.۰
الف در نمونه‌های با رنگ روشن که عدد اسیدی پایینی دارند، برای به دست آوردن نتایج دقیق‌تر می‌توان از ۲۰ g نمونه استفاده کرد. مقدار نمونه برای روغن‌های تیره رنگ محدود به مقداری شده‌اند که دخالت رنگ تیره روغن را در آزمون به حداقل می‌رساند.		

۹ روش انجام آزمون برای عدد بازی

۱-۹ اگر رنگ محلول تیتراسیون به همراه نمونه حل شده پس از افزودن شناساگر (بند ۸-۱)، دارای رنگ سبز یا سبز مایل به قهوه‌ای باشد تیتراسیون را طبق بند ۸-۲ ولی با استفاده از محلول هیدروکلریک اسید ۰.۱ M تیترا کنید تا رنگ سبز مایل به قهوه‌ای به نارنجی تغییر کند.

۲-۹ تیتراسیون شاهد، این تیتراسیون را مطابق با بند ۸-۳ انجام دهید.

۱۰ روش انجام آزمون برای عدد اسیدی قوی

۱-۱۰ در حدود ۲۵ g از نمونه را با دقت ۰.۱ g وزن کنید. در یک قیف جداکننده ۲۵۰ میلی‌لیتری بریزید و ۱۰۰ ml آب جوش به آن اضافه کنید. قیف جداکننده را با محتویاتش به شدت تکان دهید و بگذارید مدتی باقی بماند تا فاز آبی جدا شود. این فاز آبی را از قیف به داخل یک ظرف ۵۰۰ میلی‌لیتری تخلیه کنید. محلول استخراج را دوبار دیگر با ۵۰ ml آب جوش تکرار کنید و هر بار فاز آبی را به ظرف ۵۰۰ میلی‌لیتری بیفزایید. به مجموع محلول‌های استخراج شده در ظرف، ۰.۱ ml محلول شناساگر متیل اورانژ اضافه کنید. اگر رنگ محلول صورتی یا قرمز شد، آن را با محلول پتاسیم هیدروکسید ۰.۱ M تیترا کنید تا رنگ قهوه‌ای

طلائی حاصل شود. اگر رنگ اولیه صورتی یا قرمز نشد، محلول اسیدی قوی را برابر صفر گزارش کنید (به یادآوری ۴ بند ۸-۲ مراجعه کنید).

۲-۱۰ تیتراسیون شاهد، درون یک ارلن ۲۵۰ میلی‌لیتری، ۲۰۰ ml آب جوش (همان آب جوشی که برای آزمون نمونه مورد استفاده قرار گرفت) بریزید و به آن ۰.۱ ml محلول شناساگر متیل اورانژ بیفزایید. اگر رنگ شناساگر، زرد مایل به نارنجی بود، آن را با محلول هیدروکلریک اسید ۰.۱ M مانند نمونه مورد آزمون (از نظر نوع و شدت تغییر رنگ) تیترا کنید. اگر رنگ شناساگر صورتی یا قرمز بود، آن را با محلول پتاسیم هیدروکسید ۰.۱ M تا نقطه پایان تیتراسیون (مانند نمونه) تیترا کنید.

۱۱ بازرسی‌های کنترل کیفیت (QC)^۱

۱-۱۱ عملکرد تجهیزات یا روش آزمون را با آزمون یک نمونه کنترل کیفیت به صورت روزانه بررسی کنید. توصیه می‌شود در حالاتی نظیر انتهای یک دوره یا پس از تعداد ثابت آزمون نمونه‌ها، جهت اطمینان از کیفیت نتایج، این آزمون انجام شود. تجزیه و تحلیل نمونه‌های QC را می‌توان با بکارگیری روش‌های کنترلی نموداری انجام داد. اگر نتایج آزمون QC از حدود کنترلی آزمایشگاهی بیشتر شود، ممکن است به یک تصحیح نظیر کالیبراسیون مجدد، نیاز باشد. نمونه‌های QC باید در دوره موردنظر کاربرد، در دسترس و در شرایط انبارش پیش‌بینی شده، همگن و پایدار باشند. در صورت امکان نمونه QC باید نماینده نمونه‌های مورد آزمون باشد. مقدار میانگین و حدود کنترلی نمونه QC باید قبل از بررسی مراحل اندازه‌گیری، تعیین شود. به منظور اطمینان از عملکرد صحیح دستگاه، دقت نمونه QC باید با دقت و اریبی ذکر شده در بند ۱۵ مقایسه شود.

یادآوری - با توجه به اینکه اعداد اسیدی و بازی نمونه QC می‌تواند در هنگام نگهداری در انبار تغییر یابد، در شرایط خارج از کنترل، پایداری این نمونه می‌تواند موجب بروز خطا شود.

۱۲ محاسبات

۱-۱۲ عدد اسیدی را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$\text{عدد اسیدی (mg KOH/g)} = \frac{[(A - B)M \times 56.1]}{W} \quad (2)$$

که در آن:

A حجم محلول پتاسیم هیدروکسید لازم برای تیتراسیون نمونه (بند ۸-۲)، بر حسب میلی‌لیتر؛

B حجم محلول پتاسیم هیدروکسید لازم برای تیتراسیون شاهد (بند ۸-۳)، بر حسب میلی‌لیتر؛

M مولاریته محلول پتاسیم هیدروکسید؛

W جرم نمونه به کار رفته در تیتراسیون بر حسب گرم.

۱۲-۲ عدد اسیدی قوی را با استفاده از معادلات ۳ یا ۴ محاسبه کنید:

۱۲-۲-۱ اگر تیتراسیون شاهد با اسید انجام شده باشد، با استفاده از معادله ۳ محاسبه کنید:

$$\text{عدد اسیدی قوی (mg KOH/g)} = [(CM - Dm)M \times 56.1]/W \quad (۳)$$

که در آن:

C حجم محلول پتاسیم هیدروکسید لازم برای تیتراسیون محلول استخراج شده با آب (بند ۱۰-۱)، بر حسب میلی لیتر؛

M مولاریته محلول پتاسیم هیدروکسید؛

D حجم محلول هیدروکلریک اسید لازم برای تیتراسیون شاهد (بند ۱۰-۲)، بر حسب میلی لیتر؛

m مولاریته محلول هیدروکلریک اسید؛

W جرم نمونه به کار رفته در تیتراسیون، بر حسب گرم.

۱۲-۲-۲ اگر تیتراسیون شاهد با باز انجام شده باشد، با استفاده از معادله ۴ محاسبه کنید:

$$\text{عدد اسیدی قوی (mg KOH/g)} = [(C - D)M \times 56.1]/W \quad (۴)$$

که در آن:

C حجم محلول پتاسیم هیدروکسید لازم برای تیتراسیون محلول استخراج شده با آب (بند ۱۰-۱)، بر حسب میلی لیتر؛

D حجم محلول پتاسیم هیدروکسید لازم برای تیتراسیون شاهد (بند ۱۰-۲)، بر حسب میلی لیتر؛

M مولاریته محلول پتاسیم هیدروکسید؛

W جرم نمونه به کار رفته در تیتراسیون، بر حسب گرم.

۱۲-۳ عدد بازی را با استفاده از معادله ۵ محاسبه کنید:

$$\text{عدد بازی (mg KOH/g)} = [(Em - FM) \times 56.1]/W \quad (۵)$$

E حجم محلول هیدروکلریک اسید لازم برای تیتراسیون نمونه (به بند ۹ مراجعه کنید)، بر حسب میلی لیتر؛

m مولاریته محلول هیدروکلریک اسید؛

F حجم محلول پتاسیم هیدروکسید لازم برای تیتراسیون عدد اسیدی شاهد، بر حسب میلی لیتر؛

M مولاریته محلول پتاسیم هیدروکسید؛

W جرم نمونه به کار رفته در تیتراسیون بر حسب گرم.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱۳-۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۱۳-۲ بیان نتایج به صورت عدد اسیدی، عدد اسیدی قوی یا عدد بازی.

۳-۱۳ مقادیر اسیدی یا بازی به شرح زیر:

نتایج گزارش	عدد اسیدی
< ۰٫۰۲	< ۰٫۰۲
تا تقریب ۰٫۰۱	۰٫۰۲ تا ۰٫۱
تا تقریب ۰٫۱	۱٫۰ تا ۲٫۰

۱۴ دقت و اریبی

۱-۱۴ دقت، مطالب این بند فقط در مورد نمونه روغن‌های کارنکرده شفاف با پایه معدنی و نمونه روغن‌های کارکرده و کار نکرده توربین بخار حاوی ماده افزودنی بازدارنده اکسایش، به کار می‌رود. در مورد سایر روغن‌هایی که در بند ۱ این روش آزمون ذکر شده است، اطلاعات کافی در دسترس نمی‌باشد. بنابراین دقت برای این روغن‌ها تعریف نمی‌شود.

۱-۱-۱۴ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر به وسیله وسایل یکسان تحت شرایط عملکردی ثابت روی مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر جدول ۲ بیشتر است.

جدول ۲- مقادیر تکرارپذیری

تکرارپذیری	عدد اسیدی بازی
۰٫۰۳	۰٫۰ تا ۰٫۱
۰٫۰۵	بیش از ۰٫۱ تا ۰٫۵
۰٫۰۸	بیش از ۰٫۵ تا ۱٫۰
۰٫۱۲	بیش از ۱٫۰ تا ۲٫۰

۲-۱-۱۴ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر جدول ۳ بیشتر است.

جدول ۳- مقادیر تجدیدپذیری

تجدیدپذیری	عدد اسیدی بازی
۰٫۰۴	۰٫۰ تا ۰٫۱
۰٫۰۸	بیش از ۰٫۱ تا ۰٫۵
۱۵٪ عدد خنثی شدن	بیش از ۰٫۵ تا ۲٫۰

یادآوری ۱- این مقادیر دقت، در مورد روغن‌های تیره رنگ که در آن‌ها نقطه پایان تیتراسیون به خوبی مشخص نمی‌باشد، به کار نمی‌رود.

یادآوری ۲- برای به دست آوردن مقادیر دقت روغن‌های عایق الکتریکی به استاندارد ASTM D117 مراجعه کنید.

یادآوری ۳- از آنجا که هیچ مطالعه درون آزمایشگاهی، برای ارزیابی آماری نتایج حاصل از تیتراسیون با استفاده از دو روش بورت‌های دستی و خودکار صورت نگرفته است، لذا آزمایشگر باید توجه داشته باشد که مقادیر دقت با استفاده از بورت‌های دستی ذکر شده است و در مورد تیتراسیون‌هایی که با بورت‌های خودکار انجام می‌شوند، دقت قابل پیش بینی نمی‌باشد.

۱۴-۱-۳ اریبی، برای این روش آزمون اریبی وجود ندارد، چون مقادیر اسید و باز فقط با این روش آزمون تعیین می‌شوند.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

ویژگی‌های پارا نفتل بنزین

الف-۱ مشخصات پارا نفتل بنزین باید مطابق زیر باشد:

الف-۱-۱ ظاهر، پودر قرمز بدون شکل.

الف-۱-۲ کلریدها، کمتر از ۰.۵٪.

الف-۱-۳ حلالیت، مقدار ۱۰ g آن باید به طور کامل در یک لیتر حلال تیتراسیون (به پیوست ب-۷-۳ مراجعه کنید) حل شود.

الف-۱-۴ حداقل جذب، مقدار 0.1000 g نمونه را به طور دقیق وزن کرده و در 250 ml متانول حل کنید (هشدار-متانول سمی، آتشگیر و دارای بخارات زیان آور است و در صورت بلعیده شدن یا استنشاق، ممکن است سبب کوری یا مرگ شود). 5 ml از این محلول با بافر دارای $\text{pH} = 12$ را تا حجم 100 میلی لیتر رقیق کنید. این محلول باید در طول موج 650 nm با استفاده از یک طیفسنج دارای سل های یک سانتی-متری و در نظر گرفتن آب به عنوان شاهد، دارای حداقل جذب 1.20 باشد.

الف-۱-۵ محدوده pH

الف-۱-۵-۱ با استفاده از روشی که در محدوده pH (به پیوست ب-۱ مراجعه کنید) شناساگر پارا نفتل بنزین ذکر شده است، رنگ شناساگر در محدوده pH، 5.0 ± 1.1 به رنگ سبز روشن تغییر می کند.

الف-۱-۵-۲ حداکثر 0.5 ml محلول 0.01 M پتاسیم هیدروکسید برای تغییر رنگ محلول شاهد به رنگ سبز روشن نیاز است.

الف-۱-۵-۳ حداکثر 1.0 ml محلول 0.01 M پتاسیم هیدروکسید برای تغییر رنگ محلول شاهد به رنگ آبی نیاز است.

الف-۱-۵-۴ pHr اولیه محلول شناساگر حداقل به اندازه محلول شاهد می باشد.

الف-۱-۵-۵ محلول بافر با مخلوط کردن 50 ml محلول 0.05 M سدیم فسفات با 26.9 ml محلول 0.1 M سدیم هیدروکسید تهیه می شود.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

روش آزمون تعیین محدوده pHr شناساگر پارا نفتل بنزین

ب-۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از انجام این آزمون تعیین چگونگی قابل قبول بودن شناساگر پارا نفتل بنزین برای استفاده در روش آزمون این استاندارد ملی با توجه به تغییر رنگ زیاد در محدوده pHr است. این روش آزمون برای مشخص کردن مقادیر pHr مربوط به تغییرات مختلف رنگ شناساگر پارا نفتل بنزین کاربرد دارد.

ب-۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

ب-۲-۱ pHr

یک عدد مطلق است که فعالیت نسبی یون هیدروژن را در محلول تولوئن-ایزوپروپانول-آب بیان می‌کند. یادآوری- برای این منظور مقیاس اسیدیته pHr با استفاده از دو محلول بافر استاندارد با pHr، ۴ و ۱۱ تعیین می‌شود. نسبت صحیح میان pHr و pH واقعی در یک محلول تولوئن-ایزوپروپانول-آب معلوم نیست و نمی‌توان آن را به آسانی تعیین کرد.

ب-۳ اصول آزمون

مقدار معینی شناساگر ضمن تغییرات مختلف رنگ، با پتاسیم هیدروکسید الکلی (هشدار- آتشگیر) به روش الکترومتری تیترومی می‌شود و نتایج خوانده شده از pH متر نسبت به واحدهای pHr رسم می‌شود.

ب-۴ وسایل

ب-۴-۱ pH متر، الکتروود شیشه‌ای، الکتروود کالومل، هم‌زن، بشر و پایه، مطابق با بند وسایل در استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰.

ب-۵ خلوص واکنشگرها

ب-۵-۱ برای انجام آزمون از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای مشخص استفاده کنید. چنانچه از موادی با درجات خلوص پایین‌تر استفاده می‌نمائید، توجه کنید که ناخالصی‌های موجود در درستی اندازه‌گیری اثری نداشته باشد.

ب-۵-۲ آب مورد استفاده باید آب مقطر باشد.

ب-۶ مواد و/یا واکنشگرها

ب-۶-۱ محلول الکلی استاندارد پتاسیم هیدروکسید (M ۰٫۲)، تهیه، ذخیره‌سازی و استاندارد کردن این محلول را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰ انجام دهید.

ب-۶-۲ محلول الکلی استاندارد هیدروکلریدریک اسید (M ۰٫۲)، تهیه و استاندارد کردن این محلول را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰ انجام دهید.

ب-۶-۳ حلال تیتراسیون، ۵۰۰ ml تولوئن و ۵ ml آب را به ۴۹۵ ml ایزوپروپیل الکل (۲- پروپانل) بدون آب، اضافه کنید. حلال تیتراسیون باید به مقدار زیاد ساخته شود.

ب-۶-۴ محلول بافر اسیدی (pHr = ۴٫۰)، محلول ذخیره را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰ تهیه کنید. ۱۰ ml از محلول بافر ذخیره را به ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون اضافه کنید. محلول رقیق شده را حداکثر تا یک ساعت استفاده کنید.

ب-۶-۵ محلول بافر قلیایی (pHr = ۱۱٫۰)، محلول ذخیره را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰ تهیه کنید. ۱۰ ml از محلول بافر ذخیره را به ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون اضافه کنید. محلول رقیق شده را حداکثر تا یک ساعت استفاده کنید.

ب-۶-۷ الکترولیت پتاسیم کلراید، محلول اشباع پتاسیم کلرید (KCl) را در آب تهیه کنید.

ب-۶-۸ محلول شناساگر نفتل بنزین، محلول را مطابق بند ۶-۶ تهیه کنید.

ب-۷ آماده‌سازی مجموعه الکتروود

مجموعه الکتروود را مطابق با بند ۸ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۷۰ آماده کنید.

ب-۸ استاندارد کردن دستگاه

ب-۸-۱ قبل از هر آزمون یا سری آزمون‌ها، دستگاه سنجش را روی pH تنظیم کنید، الکتروود را در یک بشر حاوی محلول بافر اسیدی غیر آبی در دمای $C(25 \pm 2)$ وارد کنید و محلول را به شدت هم بزنید. وقتی که pH متر ثابت شد، عقربه پتانسیل دستگاه را به نحوی تنظیم کنید که عدد ۴٫۰ خوانده شود.

ب-۸-۲ بافر اسیدی را بردارید، الکتروودها را تمیز کنید و آن‌ها را چند دقیقه در آب فرو برید. الکتروودها را خشک و سپس آن‌ها را در یک بشر حاوی محلول بافر بازی غیرآبی در دمای $C(25 \pm 2)$ وارد کنید. وقتی که pH متر ثابت شد، مقدار دقیق آن را یادداشت کنید. اگر pH معادل 0.2 ± 11 بود، اسیدیته ابتدایی (pHr) محلول‌های ناشناخته را می‌توان مستقیم از روی pH متر خواند. اگر pH معادل 0.2 ± 11 نبود، یک نمودار تصحیح مانند شکل ب-۱ تهیه کنید. این نمودار را برای تبدیل عدد pH به اسیدیته ابتدایی (pHr) به کار برید.

ب-۹ روش انجام آزمون

ب-۹-۱ ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون (هشدار- آتشگیر) را با محلول M ۰٫۰۱ پتاسیم هیدروکسید تا وقتی که pH متر، pHr معادل ۱۳ تا ۱۴ را نشان دهد، تیتراژ کنید.

ب- ۹-۲ ml ۰/۵ محلول شناساگر را به یک قسمت از حلال تیتراسیون تازه تهیه شده اضافه کنید و پس از تمیز کردن الکترودها با محلول ۰/۰۱ مولار پتاسیم هیدروکسید تا وقتی که pH متر، pHr معادل ۱۳ تا ۱۴ را نشان دهد، تیتراسیون کنید.

ب- ۹-۳ در طی تیتراسیون، نمودار حجم تیتراسیون را بر حسب pH یا pHr رسم کنید. روی نمودار، تغییرات مختلف رنگ مربوط به مقادیر pHr را یادداشت کنید.

یادآوری- تغییرات رنگ زیر برای راهنمایی آورده شده است:

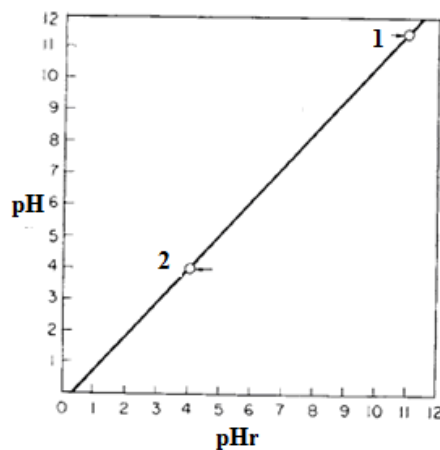
- زرد کهربایی به سبز زیتونی؛

- سبز زیتونی به سبز روشن؛

- سبز روشن به سبز مایل به آبی؛

- سبز مایل به آبی به آبی.

ب- ۹-۳ تیتراسیون شاهد را روی همان نمودار به کار رفته برای شناساگر نقطه گذاری کنید.



راهنما:

۱ pH محلول بافر بازی غیرآبی؛

۲ pH تنظیم شده در عدد ۴/۰ در محلول بافر اسیدی غیرآبی

شکل ب-۱ نمودار کالیبراسیون برای تبدیل pH به pHr

ب-۱۰ محاسبات

حجم تیتراکننده مصرف شده برای تیتراسیون شاهد را از حجم تیتراکننده مصرف شده برای تیتراسیون محلول شناساگر در pHr یکسان که موجب تغییرات رنگ مشخص در pHr معادل ۱۰ تا ۱۲ می‌شود، کم کنید.

ب-۱۱ دقت و اریبی

ب-۱۱-۱ دقت، دقت این روش آزمون تعیین نشده است و هیچ روشی برای بهبود آن موجود نمی‌باشد.

ب-۱۱-۲ اریبی، برای این روش آزمون اریبی وجود ندارد، چون مقادیر فقط با این روش آزمون تعیین می‌شوند.