



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۷۷۲

تجدید نظر اول

۱۳۹۲

INSO

2772

1st. Revision

2013

فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری عدد قلیایی -
روش تیتراسیون پتانسیومتری پرکلریک
اسید

**Petroleum products - Determination of base
number - Perchloric acid potentiometric
titration method**

ICS:75.080

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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی 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 می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی 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 - اندازه‌گیری عدد قلیایی - روش تیتراسیون پتانسیومتری پرکلریک اسید »
(تجدید نظر اول)

رئیس:

اکرم‌زاده اردکانی، مجتبی
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

اداره کل استاندارد استان یزد

دبیر:

منتظری هدشی، محبوبه
(لیسانس شیمی)

شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ادبی اردکانی، امیر
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

دانشگاه آزاد اسلامی واحد اردکان

ارسلان، علی‌رضا
(لیسانس شیمی)

کارشناس استاندارد

افضل آبادی، محمد رضا
(فوق لیسانس صنایع)

سازمان صنعت، معدن و تجارت استان یزد

امینیان، وحید
(فوق لیسانس شیمی)

پژوهشگاه استاندارد گروه پتروشیمی

بهجتی اردکانی، رضا
(لیسانس شیمی)

دانشگاه پیام نور - واحد اردکان

توکلیان اردکانی، زهرا
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد یزد

دهقان منشادی، معصومه
(لیسانس شیمی)

شرکت سوشیانت آریا

حیدریان، مطهره
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

شرکت افراشیمی یزد

شرکت پتروسالار یزد

فانی صدرآبادی، سید جلیل
(لیسانس شیمی)

شرکت پترو آذر آسیا

صفائی محمود آبادی، زحل
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مواد و/ یا واکنشگرها
۴	۶ وسایل
۵	۷ تهیه و آماده‌سازی آزمون
۵	۸ آماده سازی سامانه الکتروود
۶	۹ روش انجام آزمون
۸	۱۰ محاسبه عدد بازی
۸	۱۱ بیان نتایج
۹	۱۲ دقت
۹	۱۳ گزارش آزمون

پیش گفتار

استاندارد « فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری عدد قلیایی - روش تیتراسیون پتانسیومتری پرکلریک اسید » نخستین بار در سال ۱۳۶۶ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در پانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۲/۱۱/۱۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد، 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۷۷۲: سال ۱۳۶۷ است.

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

ISO 3771: 2011, Petroleum products - Determination of base number - Perchloric acid potentiometric titration method

فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری عدد قلیایی - روش تیتراسیون پتانسیومتری پرکلریک اسید

هشدار - کاربر این استاندارد باید با آزمون‌های معمول آزمایشگاهی آشنا باشد. در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری ترکیبات قلیایی در فرآورده‌های نفتی به روش تیتراسیون پتانسیومتری با استفاده از پرکلریک اسید در استیک اسید خالص است. این استاندارد، برای ترکیبات دارای خواص قلیائی شامل، بازهای آلی و معدنی، آمین‌ها، املاح اسیدهای ضعیف (مثل صابون‌ها)، املاح قلیائی بازهای چند ظرفیتی و املاح فلزات سنگین کاربرد دارد. دامنه مقادیر عدد بازی برای مقادیر دقت برای این روش به شرح ذیل می‌باشد:

- روغن‌های کارکرده: اعداد قلیائی از ۳ تا ۴۵؛
- مواد افزودنی: اعداد قلیائی از ۵ تا ۴۵؛
- روغن‌های کارکرده^۱: اعداد قلیائی از ۳ تا ۳۰.

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 مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب-مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه -ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

عدد قلیائی

WBN

مقدار پرکلریک اسیدی است که بر حسب عدد هم ارز میلی گرم‌های پتاسیم هیدروکسید بیان می‌شود که برای تیتراسیون یک گرم نمونه حل شده در حلال مشخص تا نقطه عطف مشخص منحنی، همان طور که در این استاندارد مشخص شده، لازم است.

۴ اصول آزمون

آزمونه در مخلوط بدون آبی از تولوئن، استن و استیک اسید خالص حل شده و به روش پتانسیومتری با محلول استاندارد پرکلریک اسید در استیک اسید خالص تیتراسیون می‌شود. برای این کار از الکتروود ترکیبی شیشه pH-Ag/AgCl استفاده می‌شود. منحنی تغییرات پتانسیل بر حسب حجم محلول تیتراسیون رسم می‌شود و نقطه پایان تیتراسیون، آخرین نقطه عطف در منحنی است.

۵ مواد و / یا واکنشگرها

در کلیه اندازه‌گیری‌ها، غیر از موارد تصریح شده، از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای^۱ و آب مقطر درجه ۳ با ویژگی‌های منطبق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

- ۱-۵ استیک اسید خالص (CH₃COOH)
- ۲-۵ استیک انیدرید [(CH₃ - CO)₂O]
- ۳-۵ تولوئن
- ۴-۵ استن
- ۵-۵ تریس(هیدروکسی متیل)-آمینومتان (Tris)(C₄H₁₁NO₃)
- ۶-۵ پتاسیم هیدروژن فتالات (KHC₈H₄O₄)
- ۷-۵ تترا اتیل آمونیم برمید ۰/۴ مول بر لیتر، الکتروولیت. از یک الکتروولیت غیر آبی مناسب درون الکتروود استفاده نمایید. یک مثال از چنین الکتروولیتی، تترا اتیل آمونیم برمید (محلول ۰/۴ مول بر لیتر آن در اتیلن گلیکول) است. به طور کلی، دستورالعمل سازنده برای استفاده از الکتروولیت درون الکتروود را رعایت نمایید. محلول ۰/۴ مول بر لیتر تترا اتیل آمونیم برمید در اتیلن گلیکول تهیه نمایید.
- ۸-۵ لیتیم کلرید (LiCl)، سازندگان الکتروود، محلول اشباع لیتیم کلرید در اتانول (٪ ۹۶ خنثی شده) را توصیه می‌کنند. ۷۰ گرم لیتیم کلرید را در ۵۰۰ میلی لیتر اتانول در دمای محیط حل نمایید. به مدت چند ساعت به هم بزنید.

۹-۵ حلال تیتراسیون، شش حجم از تولوئن (طبق بند ۳-۵) و یک حجم از استن (طبق بند ۴-۵) را به سه حجم از استیک اسید خالص (طبق بند ۱-۵) اضافه کنید.

- ۱۰-۵ پرکلریک اسید (HClO₄)، محلول استاندارد استیکی ۰/۱ مول بر لیتر.
- ۱-۱۰-۵ محلول پرکلریک اسید استیکی ۰/۱ مول بر لیتر به صورت تجاری در دسترس است. در صورت لزوم می‌توان با استفاده از پرکلریک اسید غلیظ، استیک اسید و استیک انیدرید تهیه نمود. پرکلریک اسید با غلظت‌های مختلف موجود است، مقدار استیک انیدرید لازم به غلظت وابسته است. سه روش در جدول ۱

1 - Analytical grade

مشخص شده‌اند. هنگام تهیه مخلوط، در ابتدا مقدار لازم از پرکلریک اسید را در ۵۰۰ میلی لیتر استیک اسید حل نمایید، مقدار مشخصی استیک انیدرید اضافه نموده و با استیک اسید تا حجم یک لیتر رقیق نمایید.

این محلول را بعد از حداقل ۲۴ ساعت استاندارد نمائید.

هشدار – این محلول پرکلریک اسید در شرایط آزمون خطرناک نیست، در حالی که پرکلریک اسید غلیظ زمانی که خشک شود یا حرارت داده شود، یک عامل اکسید کننده قوی است. باید دقت بسیار زیادی به عمل آید که با مواد آلی در شرایطی که ممکن است منجر به خشک شدن یا بعداً حرارت داده شود، تماس پیدا نکند و در صورت پاشیده شدن به اطراف، باید محل آلودگی را فوراً و به طور کامل با آب شستشو داد.

یادآوری – به منظور جلوگیری از استیله شدن آمین‌های نوع اول و نوع دومی که ممکن است در نمونه مورد آزمون وجود داشته باشد، از افزودن استیک انیدرید اضافی خودداری نمایید.

جدول ۱- حجم‌های رقیق سازی پرکلریک اسید و استیک انیدرید بر پایه غلظت‌های پرکلریک اسید

استیک انیدرید ml	مقدار پرکلریک اسید ml	غلظت پرکلریک اسید % (m/m) ^a
۳۰	۸٫۵	۷۰ تا ۷۲
۳۵	۱۰٫۲	۶۰ تا ۶۲
۴۰	۱۱٫۸	۵۷

^a عبارت (m/m) %، برای نمایش کسر جرمی مواد استفاده می‌شود.

۱۰-۲-۵ توصیه می‌شود استاندارد کردن با استفاده از تریس (هیدروکسی متیل)- آمینو متان (طبق بند ۵-۵) یا پتاسیم هیدروژن فتالات (طبق بند ۵-۶) به شرح ذیل انجام شود. به جای استاندارد سازی می‌توان از محلول‌های گواهی شده تجاری استفاده نمود.

الف روش اجرا با استفاده از تریس (هیدروکسی متیل)- آمینو متان (۵-۵)

مقداری (هیدروکسی متیل)- آمینو متان (طبق بند ۵-۵) را درون دسیکاتور حاوی سیلیکاژل خشک کنید (به مدت حداقل ۲۴ ساعت در دمای اتاق). تقریباً ۰٫۵ گرم از آن را با درستی ۰٫۱ میلی گرم توزین نموده و در ۶۰ میلی لیتر استیک اسید حل نمایید. محلول را با پرکلریک اسید (طبق بند ۵-۱۰) و با استفاده از الکتروود و روشی که در بندهای (۸-۱) تا (۸-۴) و (۹-۳) تا (۹-۶) شرح داده شده تیتراسیون کنید. نقطه پایان تیتراسیون را طبق روش بند (۱۰-۱) تعیین کنید. تیتراسیون استاندارد کردن باید در زمان تهیه محلول جدید یا حداقل هفته‌ای یک دفعه انجام شود.

ب روش اجرا با استفاده از پتاسیم هیدروژن فتالات (۵-۶)

مقداری از پتاسیم هیدروژن فتالات (طبق بند ۵-۶) را به مدت ۲ ساعت درون آن با دمای ۱۲۰ درجه سلسیوس خشک کنید. سپس درون دسیکاتور قرار داده و اجازه دهید تا سرد شود. ۰٫۱ گرم تا ۰٫۲ گرم از آن را با تقریب ۰٫۱ میلی گرم توزین نموده و در ۶۰ میلی لیتر استیک اسید (طبق بند ۵-۱) حل کنید. آن را با

محلول پرکلریک اسید با استفاده از روش مناسب تیترا کنید (به روش اجرای الف مراجعه شود). تیتراسیون استاندارد کردن باید در زمان تهیه محلول جدید یا حداقل هفته‌ای یک دفعه انجام شود.

۳-۱۰-۵ محاسبه غلظت به صورت زیر انجام می‌شود.

الف محاسبه روش اجرای الف با استفاده از تریس (هیدروکسی متیل)-آمینومتان (طبق بند ۵-۵) غلظت محلول پرکلریک اسید، $C_0(\text{Tris})$ ، را بر حسب مول بر لیتر با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$C_0(\text{Tris}) = \frac{m_{\text{Tris}} \times f_c}{121.14 \times V_{Pa}} \quad (1)$$

که در آن:

m_{Tris} جرم تریس (هیدروکسی متیل)-آمینومتان (طبق بند ۵-۵) بر حسب میلی‌گرم؛

f_c ضریب تصحیح محاسبه شده از غلظت داده شده در گواهی بر حسب ۱۰۰؛

۱۲۱/۱۴ جرم مولی تریس (هیدروکسی متیل)-آمینومتان (طبق بند ۵-۵) بر حسب میلی‌گرم بر میلی‌مول؛

V_{Pa} حجم محلول پرکلریک اسید مورد استفاده بر حسب میلی‌لیتر است.

ب محاسبه روش اجرای ب با استفاده از پتاسیم هیدروژن فتالات (طبق بند ۵-۶)

غلظت محلول پرکلریک اسید، $C_0(\text{KHP})$ ، را بر حسب مول بر لیتر با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$C_0(\text{KHP}) = \frac{m_{\text{KHP}} \times f_c}{204.22 \times V_{Pa}} \quad (2)$$

که در آن:

m_{KHP} جرم پتاسیم هیدروژن فتالات (طبق بند ۵-۶) بر حسب میلی‌گرم؛

f_c ضریب تصحیح محاسبه شده از غلظت داده شده در گواهی بر حسب ۱۰۰؛

۲۰۴/۲۲ جرم مولی پتاسیم هیدروژن فتالات (طبق بند ۵-۶) بر حسب میلی‌گرم بر میلی‌مول؛

V_{Pa} حجم محلول پرکلریک اسید مورد استفاده بر حسب میلی‌لیتر است.

۶ وسایل

۱-۶ تیترا تور پتانسیومتری، سامانه‌های تیتراسیون کنترلی دارای ریز پردازنده به همراه بورت‌های اتوماتیک در دسترس هستند که تیتراسیون سریع و قابل قبول را در کارهای روزمره امکان‌پذیر می‌نمایند. این سامانه‌ها، تیتراسیون و رسم منحنی را به صورت خودکار انجام می‌دهند. بورت‌های اتوماتیک باید دارای حداقل درستی ۱/۵۰۰۰ از حجم پیمایش کل سیلندر بوده تا از درستی لازم برخوردار باشد. تیتراسیون پرکلریک اسید ۰/۱ مول بر لیتر ممکن است در مراحل با حجم‌های یکسان (افزایشی) یا بسته به پیشرفت منحنی، در مراحل با حجم‌های مختلف (دینامیک) انجام شود. هر دو روش قابل قبول هستند، با وجود این، توزیع بهینه‌ای از نقاط اندازه‌گیری فقط اگر تیتراسیون به صورت دینامیکی انجام شود، می‌تواند حاصل شود. توصیه‌های سازنده دستگاه را در زمان تنظیم پارامترهای تیتراسیون در نظر بگیرید.

۲-۶ الکتروود شیشه‌ای ترکیبی pH-Ag/AgCl برای استفاده در محیط‌های غیر آبی: اثرات الکترواستاتیک یک منبع تکراری از مشکلاتی (تداخل، سیگنال‌های ناپایدار، پاسخ تنظیم کند) است که در زمان استفاده از الکتروود pH در محیط غیر آبی استفاده می‌شود. باید به منظور به حداقل رساندن تداخلات الکتروود شیشه pH و به طور همزمان برای بهبود درستی و قابلیت اطمینان اندازه‌گیری، موارد زیر را تکمیل نماید. از یک الکتروود ترکیبی با مقاومت غشائی پایین (از $100\text{ M}\Omega$ تا $200\text{ M}\Omega$) استفاده کنید. الکتروود مرجع ترکیبی باید دارای پرده انعطاف‌پذیر قابل تعویض، به منظور تسهیل در تمیز کردن پرده باشد. به این ترتیب اطمینان حاصل خواهد شد که مقاومت پوشش الکتروود مرجع به حداقل رسیده است و یک لایه محافظ الکتروود کامل را تضمین می‌نماید. الکتروود مرجع همچنین دارای یک سلول مرجع Ag/AgCl است. علاوه بر این، الکتروود مرجع باید به صورت داخلی محافظت شده باشد به طوری که اثرات الکترواستاتیک مستقل از سطح واکنشگر (۵-۷ و ۵-۸) باقی بمانند.

۳-۶ همزن، مکانیکی یا الکتریکی با سرعت قابل تنظیم و دارای پروانه یا پره‌ای از ماده شیمیائی بی‌اثر. اگر از همزن الکتریکی استفاده می‌شود، باید اتصال زمین (سیم ارت) داشته باشد به طوری که وصل یا قطع برق موتور، تغییر دائمی در زمان خواندن هنگام تیتراسیون به وجود نیارد. با رعایت موارد ذکر شده در بالا، از همزن مغناطیسی نیز می‌توان استفاده نمود.

۴-۶ بشر تیتراسیون (دیواره بلند)، با حجم مناسب.

۵-۶ پایه تیتراسیون، مناسب برای نگهداری بشر، الکتروودها، همزن و بورت.

یادآوری- پایه طوری نصب شود که هنگام حرکت دادن بشر، مزاحمتی برای الکتروودها، بورت و همزن ایجاد نکند.

۶-۶ ترازو، با تفکیک‌پذیری 0.001 گرم یا کمتر برای مقادیر عدد بازی کوچک تر و مساوی 30 و تفکیک‌پذیری 0.001 گرم برای مقادیر عدد بازی بزرگ‌تر از 30 .

۷ تهیه و آماده‌سازی آزمون

ضروری است که آزمون برداشته شده نماینده واقعی روغن مورد آزمون باشد، چون ممکن است هرگونه رسوب موجود در روغن، اسیدی یا بازی بوده و یا مواد بازی یا اسیدی را از فاز مایع جذب کرده باشد.

یادآوری- در صورت لزوم برای کمک به مخلوط شدن، نمونه آزمایشگاهی می‌تواند تا 60 درجه سلسیوس گرم شود. روغن کار کرده باید قبل از تهیه آزمون به شدت تکان داده شود تا کاملاً یکنواخت گردد.

۸ آماده سازی سامانه الکتروود

۱-۸ آماده سازی الکتروودها

درپوش را از قسمت بالای الکتروود بردارید. با فشار دادن درپوش سمباده‌ای به آرامی به سمت بالا و پایین (بسته به نوع الکتروود) اطمینان حاصل نمایید که درپوش سمباده‌ای در مکان خود به صورت محکم قرار گرفته است. آن را کمی بچرخانید و سپس آن را فشار دهید. اجازه دهید که چند قطره الکتروولیت از میان اتصال شیشه‌ای سمباده‌ای جاری شده و سطوح سمباده‌ای را مرطوب کند. سطح محلول الکتروولیت باید بالاتر

از سطح محلول در بشر تیتراسیون قرار گیرد. علاوه بر وظیفه اصلی آن، الکترولیت یک لایه محافظ الکتريکی در مقابل تداخل خارجی فراهم می‌کند. هنگامی که الکترودهای pH با حلال‌های غیر آبی استفاده شود، به تداخل حساس هستند. به این دلیل، خیلی مهم است که سطح الکترولیت تا حد امکان بالا باشد.

فقط اندازه‌گیری‌ها و تیتراسیون‌ها را با برداشتن سرپوش انجام دهید.

الکترودهای جدید را پیش آماده سازی نمایید. مشخص شده است که فروبردن الکترودهای جدید در مخلوط حلال به مدت ۱۲ ساعت موثر است. چنین اعمالی برای الکترودهای مورد استفاده در محیط آبی نیز به کار می‌رود (به بند ۸-۳ رجوع شود).

۲-۸ نگهداری الکترودها

قبل از انبارش طولانی مدت الکترودها، آنها را کاملاً تمیز نمایید و در محلول الکترولیتی که برای پر نمودن آن استفاده شده، نگهداری نمایید. در طول انبارش، درپوش قسمت پرکردن الکتروود را بسته نگه دارید.

۳-۸ آزمایش الکترودها

اگر در خصوص کارائی الکترودها، برای مثال هنگام تنظیم تیتراسیون شکی وجود دارد، الکتروود را با محلول بافر برای مثال با بافر استاندارد (pH برابر ۴ و ۷) آزمون نمایید. اگر الکتروود یک الکتروود pH برای تیتراسیون اسید/باز است، آزمون نسبت به آزمون الکتروود استاندارد متفاوت است. اختلاف پتانسیل (از میلی ولت استفاده نمایید) تیتراطور (یا pH متر) بین دو محلول بافر با pH برابر ۴ و ۷ را اندازه‌گیری نمایید. اجرای مناسب، یک اختلاف حداقل ۱۵۰ mV (۵۰ mV/dpH) نشان می‌دهد. الکتروود را بعد از این آزمون (به بند ۸-۱ رجوع شود) آماده سازی نمایید.

۴-۸ تمیز کردن الکترودها

بعد از هر تیتراسیون، ابتدا الکترودها را با حلال (مشخص شده است که شستشو با تولوئن سپس با پترولیوم اتر، سپس دوباره تولوئن مناسب است) بشوئید. الکتروود نباید بعد از شستشو به مواد روغنی آلوده باشد. ثابت شده که استفاده از هر دو روش فروبری الکتروود و تمیزکننده اتوماتیک در نمونه بردارهای اتوماتیک تجاری مناسب است.

۹ روش انجام آزمون

۱-۹ مقدار آزمون

مقدار آزمون را طوری انتخاب کنید که تقریباً ۵ میلی لیتر محلول پرکلریک اسید در نقطه عطف منحنی مصرف شده باشد. جدول ۲ مقدار آزمون بر اساس عدد بازی کل (۳-۱) نشان می‌دهد.

۲-۹ تهیه محلول آزمون

به آزمون، ۶۰ میلی لیتر تا ۱۰۰ میلی لیتر حلال تیتراسیون (طبق بند ۵-۹) اضافه کرده و محلول را به هم بزینید (به بند ۶-۳ رجوع شود) تا آزمون به خوبی حل شود. نمونه‌های روغنی که به سختی حل می‌شوند، نیاز است تا با استفاده از یک همزن مناسب آن را از قبل حل نمود.

جدول ۲- مقدار آزمون بر اساس عدد بازی کل

عدد بازی کل	مقدار آزمون g	دقت توزین mg
۳ تا ۱۵	۲,۰۰	۱
< ۱۵ تا ۳۰	۱,۰۰	۱
< ۳۰ تا ۴۵	۰,۲۵	۰,۱

مثال: عدد بازی کل ۱۰ با تقریباً ۲ گرم آزمون برابر است.

۳-۹ آماده سازی دستگاه

الکترودها را طبق بند (۸-۱) آماده کنید. الکترودها را تا آنجائی که امکان دارد در محلول فرو برید. الکترودها را در یک سمت بشر (در وسط قرار ندهید) قرار داده، به طوری که جریان مناسبی از الکترودها عبور نماید. نوک بورت را طوری روی بشر قرار دهید که محلول تیتراسیون به داخل آن نفوذ نکند. در طول آزمون عمل همزدن را با چنان سرعتی ادامه دهید که در عین حال که محلول به هم می خورد، از پاشیده شدن آن به اطراف و نیز از ورود هوا به آن جلوگیری شود. نوک بورت و سیلندر بورت باید بدون حباب هوا باشد.

۴-۹ تیتراسیون

۱-۴-۹ تیتراسیون دینامیکی

مشخص شده است که تیتراسیون دینامیکی در بیشتر موارد مناسبتر است. پارامترها بین سازندگان متفاوت است (به توصیه های آنها رجوع شود). مثال های ارائه شده در جدول ۳ آزموده شده اند.

جدول ۳- مثال های از تیتراسیون

مثال ۱: اندازه گیری تیتراسیون نقطه به نقطه		مثال ۲: روش تیتراسیون دینامیکی	
حداقل حجم برداشت اولیه	۱۰ μ l	حداقل ΔV	۰,۰۱ ml
جابجائی اندازه گیری	۱۰ mV/min	نوع اندازه گیری	dE/dt
زمان انتظار	۲۰ s	حداکثر زمان انتظار، t_{max}	۲۰ s
حداکثر حجم	۸ ml	حجم تا پایان تیتراسیون	۸ ml
ملاک نقطه پایان	۱۵ mV	حد مشتق اول	۱۵ mV

۲-۴-۹ تیتراسیون افزایشی

به توصیه سازندگان رجوع شود.

۵-۹ تمیز کردن دستگاه

برای تمیز کردن و انبارش دستگاه برای مدت زمان طولانی، به توصیه سازندگان رجوع شود (هم چنین به بند ۴-۸ رجوع شود).

۵-۹ آزمون شاهد

برای هر سری از آزمون‌ها، حجم شاهد با مقدار توصیه شده برای حلال تیتراسیون (طبق بند ۵-۹) برابر است. این عمل سامانه الکتروود را آماده می‌سازد. یک آزمون شاهد برای هر بهر جدید از حلال الزامی است. معمولاً شاهد خیلی کم بوده که لازم نیست در نظر گرفته شود.

۱۰ محاسبه عدد بازی

۱-۱۰ نقطه پایان تیتراسیون پتانسیومتری در نقطه میانی عطف منحنی تیتراسیون قرار می‌گیرد. دستگاه‌های تیتراسیون پیشرفته به صورت خودکار نقطه عطف را مشخص می‌کنند. با توجه به حساسیت و پارامترها، توصیه سازندگان را دنبال نمایید. همان طور که تیتراسیون عدد بازی کل، مجموع اجزاء بازی را ثبت می‌کند، لازم نیست تا بین پتانسیل نقطه پایانی چندگانه تفاوت قائل شویم. به منظور اجتناب از توقف خیلی زود هنگام تیتراسیون، پیشنهاد می‌شود که تیتراسیون را بعد از حداکثر حجم از پیش مشخص شده متوقف نمایید. اگر بیش از یک نقطه پایان تیتراسیون وجود دارد، بنابراین از آخرین نقطه پایانی در زمان تفسیر تیتراسیون استفاده نمایید. این عمل کمک می‌کند تا از اولین دیفرانسیل استفاده نماییم، که یک عمل اختیاری و انتخابی در بیشتر دستگاه‌های پیشرفته است.

۲-۱۰ عدد کلیایی کل، W_{BN} ، بر حسب میلی‌گرم پتاس بر گرم آزمون را با استفاده از معادله ۳، محاسبه کنید:

$$W_{BN} = \frac{56.1 [c_0 (V_2 - V_1)]}{m_S} \quad (3)$$

که در آن:

V_1 حجم پرکلریک اسید (طبق بند ۵-۱۰) مصرف شده بر حسب میلی‌لیتر برای تیتراسیون محلول آزمون شاهد (به بند ۹-۶ رجوع شود) تا نقطه عطف منحنی تیتراسیون؛

V_2 حجم پرکلریک اسید (طبق بند ۵-۱۰) مصرف شده بر حسب میلی‌لیتر برای تیتراسیون آزمون تا نقطه عطف منحنی تیتراسیون؛

c_0 غلظت پرکلریک اسید (طبق بند ۵-۱۰) مصرف شده بر حسب مول بر لیتر (همان طور که در معادله ۱ یا ۲ مشخص شده است)؛

۵۶٫۱ جرم مولی پتاسیم هیدروکسید، بر حسب میلی‌گرم بر میلی‌مول؛

m_S جرم آزمون، بر حسب گرم.

۱۱ بیان نتایج

عدد بازی، W_{BN} ، همان طور که در بند ۱۰-۲ محاسبه شده را با دقت ۰٫۱ میلی‌گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم نمونه گزارش کنید.

۱۲ دقت

۱-۱۲ کلیات

دقت روش از طریق آماری و بر اساس نتایج بین آزمایشگاهی به دست آمده به شرح زیر می‌باشد.

۲-۱۲ تکرار پذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون به دست آمده توسط یک آزمایشگر تحت شرایط ثابت با دستگاه و مواد شیمیائی مشابه در مدت طولانی و انجام روش به طور صحیح، میانگین دو نتیجه آزمون با درصد بزرگ‌تر از آنچه در جدول ۴ ارائه شده می‌تواند فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد تجاوز کند.

جدول ۴- تکرارپذیری

تکرارپذیری %	عدد بازی، w_{BN} میلی گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم نمونه	آزمونه
۵	$3 \leq w_{BN} \leq 20$	روغن کارنکرده و مواد افزودنی
۳	$w_{BN} > 20$	
۵	$3 \leq w_{BN} \leq 20$	روغن کارکرده
۵	$w_{BN} > 20$	

۳-۱۲ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه مستقل و مجزا که بوسیله دو آزمایشگر متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف با مواد آزمون یکسان در مدت طولانی و انجام روش به طور صحیح، میانگین دو نتیجه آزمون با درصد بزرگ‌تر از آنچه در جدول ۵ ارائه شده می‌تواند فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد تجاوز کند.

جدول ۵- تجدیدپذیری

تجدیدپذیری %	عدد بازی، w_{BN} میلی گرم پتاسیم هیدروکسید بر گرم نمونه	آزمونه
۱۰	$3 \leq w_{BN} \leq 20$	روغن کارنکرده و مواد افزودنی
۶	$w_{BN} > 20$	
۱۵	$3 \leq w_{BN} \leq 20$	روغن کارکرده
۱۵	$w_{BN} > 20$	

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد: ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۳ تمامی جزئیات مورد نیاز برای شناسائی آزمون؛

۳-۱۳ نتایج آزمون که مطابق بند ۱۱ بیان می‌شود؛

۴-۱۳ تمامی عملیاتی که در این استاندارد ذکر نشده است یا به صورت اختیاری در نظر گرفته شده است؛

۵-۱۳ تاریخ انجام آزمون.