

Mineralölerzeugnisse

**Gesamtbasenzahl**

Bestimmung durch potentiometrische Perchlorsäure-Titration

**DIN****ISO 3771**

Petroleum products; total base number; perchloric acid potentiometric titration method

Produits pétroliers; détermination de l'indice de base total; méthode par titrage potentiométrique à l'acide perchlorique

**Die Internationale Norm ISO 3771, 1. Ausgabe 1977-01-15, ist in diese Deutsche Norm unverändert übernommen worden.**

**Nationales Vorwort**

Diese Norm ist vom Arbeitsausschuß NMP 661 „Prüfung von Schmierölen, sonstigen Ölen und Paraffinen“ im Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) aufgestellt worden.

Die Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 3771, die im ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe“ (Sekretariat: ANSI, USA) ausgearbeitet worden ist.

Diese Norm basiert auf den Festlegungen in dem bereits zurückgezogenen Norm-Entwurf DIN 51 596 Teil 1 und der Norm IP 276, Ausgabe September 1971. Auf gleicher Basis wurde auch der Europäische Norm-Entwurf pr EN 55, Ausgabe Mai 1975, ausgearbeitet. Dieser Norm-Entwurf wurde jedoch nicht als Europäische Norm herausgegeben, weil zwischenzeitlich dieses Thema im Technischen Komitee ISO/TC 28 auf der Grundlage der Festlegungen in der Norm ASTM D 2896-73, die 1980 neu herausgegeben wurde, bearbeitet wurde. Im Januar 1977 wurde das Arbeitsergebnis als Internationale Norm ISO 3771 veröffentlicht.

Die Angaben der Zusammensetzungsgrößen stimmen mit denen in den Normen DIN 1310 und DIN 32 625 nicht überein. Beispielsweise wird die Stoffmengenkonzentration weiterhin als Normalität, nicht jedoch mit der Einheit mol/l angegeben.

Statt nach Abschnitt 4.8.1 die essigsäure Standardlösung selber herzustellen, kann auch handelsübliche Perchlorsäure mit einer Stoffmengenkonzentration  $c(\text{HClO}_4)$  von 0,1 mol/l (0,1 N) in wasserfreier Essigsäure eingesetzt werden.

Zur Vermeidung von Mißverständnissen wird auf folgendes hingewiesen:

Aus dem Gehalt an basischen Bestandteilen lassen sich keine direkten Rückschlüsse auf die Eignung von Mineralölen und Mineralöl-Zusätzen für bestimmte Einsatzzwecke ziehen. Insbesondere ist ohne weiteres keine vergleichende Bewertung der Qualität von basischen Bestandteilen möglich.

**Internationale Patentklassifikation**

G 01 N 31/16

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.  
Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

## Deutsche Übersetzung

Mineralölerzeugnisse

# Gesamtbasenzahl

Bestimmung durch potentiometrische Perchlorsäure-Titration

## Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die von einem Technischen Komitee verabschiedeten Entwürfe für Internationale Normen werden den ISO-Mitgliedskörperschaften zunächst zur Genehmigung vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Norm angenommen werden.

Die Internationale Norm ISO 3771 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe“ erstellt und im Juni 1975 den Mitgliedskörperschaften vorgelegt.

Sie wurde von den Mitgliedskörperschaften der folgenden Länder angenommen:

|             |         |             |                        |
|-------------|---------|-------------|------------------------|
| Australien  | Indien  | Niederlande | Spanien                |
| Belgien     | Iran    | Österreich  | Südafrika              |
| Brasilien   | Israel  | Polen       | Tschechoslowakei       |
| Bulgarien   | Italien | Portugal    | Türkei                 |
| Deutschland | Japan   | Rumänien    | Ungarn                 |
| Frankreich  | Kanada  | Schweden    | Vereinigtes Königreich |
| Ghana       | Mexiko  | Sowjetunion | Vereinigte Staaten     |

Keine Mitgliedskörperschaft hat das Dokument abgelehnt.

## 1 Zweck und Anwendungsbereich

**1.1** Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von basischen Bestandteilen in Mineralöl-erzeugnissen durch potentiometrische Titrations mit Perchlorsäure in Eisessig fest <sup>1)</sup>.

**1.2** Die zu berücksichtigenden Bestandteile mit basischen Eigenschaften schließen organische und anorganische Basen, Aminoverbindungen, Salze schwacher Säuren, z. B. Seifen, basische Salze mehrsauriger Basen und Salze von Schwermetallen ein.

## 2 Begriff

Für den Zweck dieser Internationalen Norm gilt die folgende Definition:

**Gesamtbasenzahl:** Das ist die Menge Perchlorsäure, angegeben in äquivalenter Anzahl Milligramm Kaliumhydroxid (oder alternativ in Milliäquivalenten Hydroxid per Gramm), die erforderlich ist, alle basischen Bestandteile, die in 1 Gramm Probe enthalten sind, zu neutralisieren, wenn unter den beschriebenen Bedingungen titriert wird.

## 3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

**3.1** Ein Probeteil wird in einem praktisch wasserfreien Gemisch von Chlorbenzol und Eisessig gelöst und mit einer Standardlösung von Perchlorsäure in Eisessig mit Hilfe eines Potentialmeßgerätes titriert. Es werden eine Glasindikatorelektrode und eine Kalomel-Bezugselektrode benutzt. Letztere wird mit der Probenlösung über eine Elektrolytbrücke verbunden. Die Potentialablesungen werden gegen die entsprechenden Volumina des Titranten aufgetragen, und der Titrationsendpunkt ist der letzte Wendepunkt in der so erhaltenen Titrationskurve.

**3.2** Gelegentlich erhält man bei gewissen Gebrauchtölen keinen Wendepunkt, wenn man, wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, titriert. In solchen Fällen wird eine Rücktitration mit einer essigsauren Standardlösung von Natriumacetat durchgeführt (siehe Abschnitt 10).

## 4 Chemikalien

Zur Analyse sind nur analysenreine Chemikalien zu verwenden sowie destilliertes Wasser oder Wasser entsprechenden Reinigungsgrades.

### 4.1 Eisessig (VORSICHT, siehe unten)

**VORSICHT** — Eisessig, Essigsäureanhydrid und Chlorbenzol sind toxisch und führen zu Reizungen. Alle Arbeiten, die den Gebrauch dieser Chemikalien erfordern, sind in einem gut belüfteten Raum, vorzugsweise unter einem Abzug durchzuführen.

<sup>1)</sup> Für viele Erzeugnisse ergeben sich nach diesem Verfahren ähnliche Werte für die Gesamtbasenzahl wie nach ASTM D 664 „Neutralisationszahl durch potentiometrische Titration“, von Erzeugnissen jedoch, die gewisse Verbindungen wie stark überalkalisierte Öladditive und stickstoffhaltige polymere Verbindungen enthalten, können höhere Werte erhalten werden als sich bei Anwendung von ASTM D 664 ergeben.

### 4.2 Essigsäureanhydrid (VORSICHT, siehe Abschnitt 4.1)

### 4.3 Chlorbenzol (VORSICHT, siehe Abschnitt 4.1)

### 4.4 Kaliumhydrogenphthalat ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ )

### 4.5 Natriumcarbonat, wasserfrei ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

### 4.6 Natriumperchlorat — Elektrolyt

Es wird eine gesättigte Lösung von Natriumperchlorat ( $\text{NaClO}_4$ ) (VORSICHT; siehe unten) in Eisessig (siehe Abschnitt 4.1) hergestellt. Ein Überschuß von ungelöstem Natriumperchlorat soll immer am Boden der Lösung vorhanden sein.

**VORSICHT** — Natriumperchlorat ist toxisch und führt zu Reizungen. Es ist außerdem bei Erwärmung ein starkes Oxidationsmittel. Unbedingt zu vermeiden ist Kontakt mit organischen Stoffen unter Bedingungen, die Trocknen oder Erhitzen zur Folge haben. Verschüttete Mengen sollen sofort und gründlich mit Wasser abgewaschen werden.

### 4.7 Lösemittelgemisch

1 Volumenteil Eisessig (siehe Abschnitt 4.1) wird zu 2 Volumenteilen Chlorbenzol (siehe Abschnitt 4.3) gegeben (VORSICHT, siehe Abschnitt 4.1).

### 4.8 Perchlorsäure, 0,1 N essigsaure Standardlösung

#### 4.8.1 Herstellung

8,5 ml 70 bis 72 %ige (m/m) Perchlorsäure ( $\text{HClO}_4$  70 bis 72 % (m/m)) (oder 10,2 ml 60 bis 62 % (m/m) Perchlorsäure oder 11,8 ml 57 % (m/m) Perchlorsäure) werden mit 500 ml Eisessig (siehe Abschnitt 4.1) und 30 ml (oder 35 ml, wenn 60 bis 62 %ige (m/m) Perchlorsäure verwendet wird oder 40 ml, wenn 57 %ige (m/m) Perchlorsäure verwendet wird) Essigsäureanhydrid (siehe Abschnitt 4.2) gemischt (siehe Anmerkung). Es wird auf 1 l mit Eisessig verdünnt (VORSICHT, siehe unten). Vor der Einstellung wird diese Lösung 24 h stehengelassen.

**VORSICHT** — Diese Perchlorsäurelösung ist unter den Versuchsbedingungen nicht gefährlich. Konzentrierte Perchlorsäure ist jedoch bei Erwärmung ein starkes Oxidationsmittel und bildet explosionsgefährliche Gemische, wenn sie zusammen mit organischen Stoffen erhitzt wird. Kontakt mit organischen Stoffen unter Bedingungen, die Trocknen oder Erhitzen zur Folge haben, soll unbedingt vermieden werden. Verschüttete Mengen sollen sofort und gründlich mit Wasser abgewaschen werden.

**Anmerkung:** Ein Überschuß an Essigsäureanhydrid muß vermieden werden, um Acetylierung möglicherweise in der zu untersuchenden Probe vorhandener primärer oder sekundärer Amine zu vermeiden.

#### 4.8.2 Einstellung

Kaliumhydrogenphthalat (siehe Abschnitt 4.4) wird 2 h lang im Ofen bei 120 °C getrocknet, und anschließend läßt man es abkühlen. 0,1 bis 0,2 g Kaliumhydrogenphthalat werden auf 0,1 mg eingewogen und sorgfältig in 40 ml warmem Eisessig gelöst. Man fügt 80 ml Chlorbenzol (siehe Abschnitt 4.3) hinzu, kühlt und titriert mit der Perchlorsäurelösung (siehe Abschnitt 4.8) unter Verwendung des Elektrodensystems und der Arbeitsvorschriften der Abschnitte 7.1 bis 7.4 und 8.3 bis 8.5.