

DIN ISO 6618

ICS 75.080; 75.100

Ersatz für
DIN 51558-1:1979-07**Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe –
Bestimmung von Säure- oder Basenzahl –
Farbindikator-Titration (ISO 6618:1997)**

Petroleum products and lubricants –
Determination of acid or base number –
Colour-indicator titration method (ISO 6618:1997)

Produits pétroliers et lubrifiants –
Détermination de l'indice d'acide ou de l'indice de base –
Méthode par titrage en présence d'un indicateur coloré (ISO 6618:1997)

Gesamtumfang 21 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Nationaler Anhang NB (informativ) Hinweise zur Anwendung von Anhang B – Bestimmung des pHr-Bereiches des <i>p</i> -Naphtholbenzeinindikators	5
NB.1 Allgemeines	5
NB.2 Chemikalien und Materialien (sinngemäß ISO 6619:1988, Abschnitt 4)	5
NB.3 Geräte (sinngemäß ISO 6619, Abschnitt 5)	7
NB.4 Vorbereitung des Elektrodensystems	8
1 Anwendungsbereich	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	10
4 Kurzbeschreibung	10
5 Chemikalien und Werkstoffe	10
6 Geräte	12
7 Vorbereitung von Gebrauchstölproben	12
8 Bestimmung der Säurezahl	13
9 Bestimmung der Basenzahl	13
10 Bestimmung der Säurezahl für starke Säuren	14
11 Auswertung	14
12 Angabe der Ergebnisse	15
13 Präzision	15
14 Prüfbericht	16
Anhang A (normativ) Spezifikation für <i>p</i> -Naphtholbenzein	17
A.1 Aussehen	17
A.2 Chloridgehalt	17
A.3 Löslichkeit	17
A.4 Mindestabsorption	17
A.5 pH-Bereich	17
Anhang B (normativ) Bestimmung des pHr-Bereiches des <i>p</i> -Naphtholbenzeinindikators	18
B.1 Anwendungsbereich	18
B.2 Begriffe	18
B.3 Kurzbeschreibung	18
B.4 Chemikalien und Materialien	18
B.5 Geräte	19
B.6 Vorbereitung des Elektrodensystems ^{N2)}	19
B.7 Einstellen des Gerätes	19
B.8 Verfahren	20
B.9 Angabe der Ergebnisse	21

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 6618:1997, die im Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and lubricants“ erarbeitet wurde.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-84 AA „Gemeinschaftsausschuss NA 062-06-42 AA/NA 062-06-61 AA“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 3771	siehe	DIN 51639-1

Änderungen

Gegenüber DIN 51558-1:1979-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Inhalt von DIN 51558-1 ist vollständig in ISO 6618 aufgegangen;
- b) wesentliche Anwendungshinweise auf Basis von ISO 6619 wurden als informativer nationaler Anhang NB aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN DVM 3658: 1932-11

DIN DVM 3658 = DIN 53658: 1936-02

DIN 51558: 1955x-06

DIN 51558-1: 1975-08, 1979-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN 51639-1, *Prüfung von Schmierstoffen — Prüfverfahren — Bestimmung der Gesamtbasenzahl*

ISO 6619:1988, *Petroleum products and lubricants — Neutralization number — Potentiometric titration method*

Nationaler Anhang NB (informativ)

Hinweise zur Anwendung von Anhang B – Bestimmung des pHr-Bereiches des *p*-Naphtholbenzeinindikators

NB.1 Allgemeines

Für die Anwendbarkeit der DIN ISO 6618 ist die Kenntnis einiger Passagen aus ISO 6619:1988 notwendig. Da ISO 6619 als Ganzes nicht übernommen werden soll, werden im Folgenden notwendige Abschnitte sinngemäß und mit Erläuterungen versehen zur Anwendung von Anhang B dieses Dokuments eingefügt. Im Zweifelsfall ist ISO 6619 hinzu zu ziehen.

NB.2 Chemikalien und Materialien (sinngemäß ISO 6619:1988, Abschnitt 4)

NB.2.1 2,4,6-Trimethylpyridin, (γ -Collidin) $(\text{CH}_3)_3\text{C}_5\text{H}_2\text{N}$ (molare Masse = 121,18 g/mol) mit den folgenden Anforderungen:

- Destillationsbereich: 168 °C bis 170 °C;
- Brechzahl, n_D^{20} : $1,498\,2 \pm 0,000\,5$;
- Farbe: farblos;
- Lagerung über aktiviertem Aluminium in einer braunen Glasflasche.

WARNUNG — 2,4,6-Trimethylpyridin ist gesundheitsschädlich. Es darf nicht eingeatmet oder verschluckt werden. Haut- und Augenkontakt sollte vermieden werden. Sicherheitsbrille, Gummihandschuhe sowie Gummischürze sind zu tragen. Nur unter einem gut belüfteten Abzug arbeiten, oder es muss eine Atemmaske bei der Arbeit getragen werden.

NB.2.2 3-Nitrophenol, $\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ (molare Masse = 139,11 g/mol) mit den folgenden Anforderungen:

- Schmelzpunkt: 96 °C bis 97 °C;
- Farbe: hellgelb;
- Lagerung in einer braunen Glasflasche.

WARNUNG — 3-Nitrophenol ist gesundheitsschädlich. Es darf nicht eingeatmet oder verschluckt werden. Haut- und Augenkontakt sollte vermieden werden. Sicherheitsbrille, Gummihandschuhe sowie Gummischürze sind zu tragen. Nur unter einem gut belüfteten Abzug arbeiten, oder es muss eine Atemmaske bei der Arbeit getragen werden.

NB.2.3 Propan-2-ol, wasserfrei, mit der folgenden Anforderung:

— Wassergehalt unter 0,1 % (m/m).

Wenn der Wassergehalt des vorhandenen Propan-2-ol nicht der Anforderung entspricht, kann der Wassergehalt durch Destillation durch eine Kolonne erreicht werden, wobei die ersten 10 % (VII) des Destillats und der Rückstand von etwa 10 % (VII) verworfen werden. Das Trocknen kann auch über Molekularsieb wie Linde Typ 4A^{N1)} durchgeführt werden, indem das Lösungsmittel von unten durch eine mit dem Molekularsieb gefüllten Säule geführt wird. Verhältnis Molekularsieb : Lösungsmittel = 1 : 10.

NB.2.4 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/l}$ volumetrische, alkoholische Standardlösung. Wird als handelsübliche Fertiglösung verwendet oder wie in NB.2.4.2 und NB.2.4.3 beschrieben hergestellt und eingestellt.

NB.2.4.1 Herstellung

Es werden 18 ml konzentrierte Salzsäure [Dichte bei 20 °C = 1,19 g/ml] mit 1 l Propan-2-ol (NB.2.3) gemischt.

NB.2.4.2 Einstellung

Die Lösung wird so oft eingestellt, wie erforderlich, um Veränderungen in der Molarität von 0,000 5 mol/l festzustellen. Dies geschieht vorzugsweise durch elektrometrische Titration von 8 ml $\pm 0,1 \text{ ml}$ der 0,2 mol/l alkoholischen KOH-Lösung (NB.2.5.1) verdünnt mit 125 ml kohlenstoffdioxidfreiem Wasser.

NB.2.5 Kaliumhydroxid, $c(\text{KOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$ volumetrische, alkoholische Standardlösung. Wird als handelsübliche Fertiglösung verwendet oder wie in NB.2.5.2 und NB.2.5.3 beschrieben hergestellt und eingestellt.

NB.2.5.1 Herstellung

Es werden 12 g bis 13 g festes KOH zu etwa 1 l Propan-2-ol, wasserfrei (NB.2.3), in einen konischen 2-l-Kolben gegeben. Das Gemisch wird 10 min unter Rückfluss leicht sieden gelassen und gerührt, damit das KOH vollständig gelöst wird. Es werden mindestens 2 g Bariumhydroxid $[\text{Ba}(\text{OH})_2]$ hinzugefügt und noch einmal leicht für 5 min bis 10 min sieden gelassen.

Auf Raumtemperatur abkühlen lassen und dann zwei Tage stehen lassen. Anschließend die überstehende Flüssigkeit durch eine Filternutsche aus fein gesintertem Glas oder Porzellan abfiltrieren. Während der Filtration ist unnötiger Kontakt mit Kohlenstoffdioxid zu vermeiden.

Die Lösung wird in einer chemisch widerstandsfähigen Flasche aufbewahrt, ohne Kontakt mit Kork, Gummi, oder verseifbarem Hahnfett und geschützt durch ein Rohr mit Natronkalk oder nicht faserartigem Kohlenstoffdioxid-Adsorptionsmittel. Glasflaschen werden für die Lagerung nicht empfohlen.

NB.2.5.2 Einstellung

Die Lösung wird so oft eingestellt, wie erforderlich, um Veränderungen in der Molarität von 0,000 5 mol/l festzustellen. Dies geschieht vorzugsweise durch elektrometrische Titration gegen 0,2 g bis 0,3 g reines saures Kaliumphthalat (5.9) (2 h getrocknet bei 105 °C) eingewogen auf 0,000 2 g und gelöst in etwa 100 ml kohlenstoffdioxidfreiem Wasser.

NB.2.6 Pufferlösung A, saure Pufferlösung (pHr = 4,0)

24,2 g $\pm 0,1 \text{ g}$ 2,4,6-Trimethylpyridin (NB.2.1) werden eingewogen und in einen 1-l-Messkolben, der 100 ml Propan-2-ol, wasserfrei (NB.2.3), enthält, überführt. Mit einem graduieren Messzylinder wird unter Rühren

N1) Nationale Fußnote: Linde Typ 4A ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch das DIN.

($150/c_1$) ml $\pm$ 5 ml 0,2 mol/l alkoholische Salzsäure-Lösung (NB.2.4) in den 1-l-Messkolben gegeben. (c_1 ist die genau ermittelte Molarität der Salzsäure-Lösung.) Den Messkolben bis zur Marke mit Propan-2-ol, wasserfrei (NB.2.3), auffüllen und gut durchmischen. Die Lösung ist innerhalb eines Monats zu verbrauchen.

NB.2.7 Pufferlösung B, alkalische Pufferlösung (pHr = 11,0)

27,8 g $\pm$ 0,1 g 3-Nitrophenol (NB.2.2) werden eingewogen und in einen 1-l-Messkolben, der 100 ml Propan-2-ol, wasserfrei (NB.2.3) enthält, überführt. Mit einem graduierten Messzylinder wird unter Rühren (50/ c_2) ml $\pm$ 1 ml 0,2 mol/l alkoholische Kaliumhydroxid-Lösung (NB.2.5) in den Messkolben gegeben. (c_2 ist die genau ermittelte Molarität der Kaliumhydroxid-Lösung.) Den Messkolben bis zur Marke mit Propan-2-ol, wasserfrei (NB.2.3) auffüllen und den Inhalt gut durchmischen. Die Lösung ist innerhalb eines Monats zu verbrauchen.

NB.2.8 Titrationslösemittel

Gemisch aus 500 ml Toluol, 5 ml Wasser und 495 ml Propan-2-ol (NB.2.3). Das Titrationslösemittel sollte in größeren Mengen angesetzt werden. Der Blindwert muss täglich bestimmt werden.

NB.3 Geräte (sinngemäß ISO 6619, Abschnitt 5)

NB.3.1 pH-Meter

Das Potentiometer muss auf $\pm$ 0,005 V ablesbar sein und eine Empfindlichkeit von $\pm$ 0,002 V über einen Bereich von mindestens $\pm$ 0,5 V aufweisen, wenn es mit den unter NB.3.2 und NB.3.3 beschriebenen Elektroden benutzt wird, und der Widerstand zwischen den Elektroden zwischen 0,2 M Ω bis 20 M Ω liegt. Das Instrument sowie das Titriergerät müssen so gegen streuende elektrostatische Felder geschützt sein, dass bei der Berührung der Elektroden, der Kabelverbindungen und des Gerätes, selbst mit einer geerdeten Leitung, keinerlei bleibende Ausschläge am Instrument auftreten. Es können manuelle Potentiometer mit oder ohne Schreiber oder automatische Potentiometer verwendet werden.

NB.3.2 Glaselektrode

Die Glaselektrode muss aus einem chemisch widerstandsfähigen Glas gefertigt sein und bei 25 °C einen Widerstand zwischen 100 M Ω und 1 000 M Ω aufweisen. Das zum Potentiometer führende Kabel muss gut abgeschirmt sein.

NB.3.3 Bezugselektrode, Kalomelektrode

Die Bezugselektrode wird über eine Kaliumchloridbrücke mit der Lösung leitend verbunden.

ANMERKUNG Die Verwendung von kombinierten Einstab-Glaselektroden ist zweckmäßig.

NB.3.4 Rührer, mechanisches Rührwerk, ausgestattet mit einem Glaspropeller

Wenn ein elektrisches Rührwerk benutzt wird, muss es geerdet werden, damit das An- und Ausschalten des Motors keine permanente Änderung im Ausschlag des Potentiometers während der Bestimmung verursacht.

NB.3.5 Titriereinrichtung

NB.3.5.1 Bürette, 10 ml Fassungsvermögen mit einem Skalenteilungswert von 0,05 ml und kalibriert auf $\pm$ 0,02 ml. Sie muss einen Glashahn haben und einen Auslauf, der 100 mm bis 130 mm über den Hahn hinausreicht. Die Bürette muss mit einem Schutzrohr gegen die Aufnahme von Kohlendioxid versehen sein, welche mit einer Indikatorlösung gefüllt ist.

NB.3.5.2 Titrationsbecher, 250 ml-Becher aus Borosilicatglas.

NB.3.5.3 Titrationsstand, zur Befestigung der Elektroden, der Bürette und des Rührers.