

DIN ISO 6618

ICS 75.080; 75.100

Einsprüche bis 2013-03-05
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 51558-1:1979-07

Entwurf**Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe –
Bestimmung der Säure- oder Basenzahl –
Farbindikatortitration (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)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-10-22 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 (Hausanschrift: Überseering 40, 22297 Hamburg).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 22 Seiten

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

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Nationaler Anhang NB (informativ) Angabe der Ergebnisse	5
Nationaler Anhang NC (informativ) Hinweise zur Anwendung von Anhang B – Bestimmung des pHr-Bereiches des <i>p</i>-Naphtholbenzeinindikators	6
NC.1 Allgemeines	6
NC.2 Chemikalien und Materialien (sinngemäß ISO 6619:1988, Abschnitt 4)	6
NC.3 Geräte (sinngemäß ISO 6619, Abschnitt 5)	8
NC.4 Vorbereitung des Elektrodensystems	9
1 Anwendungsbereich	10
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	11
4 Kurzbeschreibung	11
5 Chemikalien und Werkstoffe	11
6 Geräte	13
7 Vorbereitung von Gebrauchstölproben	13
8 Bestimmung der Säurezahl	14
9 Bestimmung der Basenzahl	14
10 Bestimmung der Säurezahl für starke Säuren	15
11 Auswertung	15
12 Angabe der Ergebnisse	16
13 Präzision	16
14 Prüfbericht	17
Anhang A (normativ) Spezifikation für <i>p</i>-Naphtholbenzein	18
A.1 Aussehen	18
A.2 Chloridgehalt	18
A.3 Löslichkeit	18
A.4 Mindestabsorption	18
A.5 pH-Bereich	18
Anhang B (normativ) Bestimmung des pHr-Bereiches des <i>p</i>-Naphtholbenzeinindikators	19
B.1 Anwendungsbereich	19
B.2 Begriffe	19
B.3 Kurzbeschreibung	19
B.4 Chemikalien und Materialien	19
B.5 Geräte	20
B.6 Vorbereitung des Elektrodensystems^{N2)}	20
B.7 Einstellen des Gerätes	20
B.8 Verfahren	21
B.9 Angabe der Ergebnisse	22

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 6618:1997, die im Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe“ ausgearbeitet wurde.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-70 AA, Spiegelausschuss zu ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe“, im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN.

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 ISO 3771

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 NC aufgenommen.

Frühere Ausgaben

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 3771, *Mineralölerzeugnisse — Gesamtbasenzahl — Bestimmung durch potentiometrische Perchlorsäure-Titration*

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

Nationaler Anhang NB
(informativ)

Angabe der Ergebnisse

Es ist zulässig, die nach Abschnitt 12 ermittelten Ergebnisse auf 2 Dezimale anzugeben.

Nationaler Anhang NC (informativ)

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

NC.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.

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

NC.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 Gummischurze sind zu tragen. Nur unter einem gut belüfteten Abzug arbeiten, oder es muss eine Atemmaske bei der Arbeit getragen werden.

NC.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 Gummischurze sind zu tragen. Nur unter einem gut belüfteten Abzug arbeiten, oder es muss eine Atemmaske bei der Arbeit getragen werden.

NC.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 % (V/V) des Destillats und der Rückstand von etwa 10 % (V/V) 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.

NC.2.4 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/l}$ volumetrische, alkoholische Standardlösung.

Wird als handelsübliche Fertiglösung verwendet oder wie in NC.2.4.1 und NC.2.4.2 beschrieben hergestellt und eingestellt.

NC.2.4.1 Herstellung

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

NC.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 (NC.2.5) verdünnt mit 125 ml kohlenstoffdioxidfreiem Wasser.

NC.2.5 Kaliumhydroxid, $c(\text{KOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$ volumetrische, alkoholische Standardlösung.

ANMERKUNG Wird als handelsübliche Fertiglösung verwendet oder wie in NC.2.5.1 und NC.2.5.2 beschrieben hergestellt und eingestellt.

NC.2.5.1 Herstellung

Es werden 12 g bis 13 g festes KOH zu etwa 1 l Propan-2-ol, wasserfrei (NC.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 eine unnötige Berührung 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.

NC.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.

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.