这一国际标准是根据世界贸易组织贸易技术壁垒(TBT)委员会发布的《关于制定国际标准、指南和建议的原则的决定》中确立的国际公认的标准化原则制定的。

产品名称：D2896-15

# 试验的标准试验方法
# 用电位过氯酸滴定法测定的石油产品碱数[1]

本标准以固定名称D2896发布；指定后的数字表示最初采用的年份，或者在修订时，表示最后修订的年份。括号中的数字表示上次重新批准的年份。上标标（′）表示自上次修订或重新批准后发生的编辑更改。

*本标准已被美国各机构批准使用。美国国防部。*

## 1. 适用范围*

1.1 本试验方法包括用冰乙酸中的高氯酸滴定法测定石油产品中基本成分的方法。

1.2 程序A和B使用不同的滴定溶剂体积和样品重量。

注1：对一系列新旧油和添加剂浓缩油进行的循环试验表明，这两种程序在统计上是等效的结果。

1.3 附录X2提供使用替代溶剂系统，消除在本试验方法中使用氯苯。替代溶剂的使用给出了统计上等效的结果；然而，精度更差。第X2.5.5段在使用两种不同溶剂比较结果时提供了指导。

1.4 可被认为具有基本特征的成分包括有机和无机碱、氨基酸化合物、弱酸盐（肥皂）、多酸碱的基本盐和重金属盐。

注2—本试验方法适用于第16、17和19节和附录X1所述的新鲜油和旧油。

1.5 此测试方法可用于确定基数>300毫克KOH/g。然而，第19节中的精度声明仅基于基号≤300mgKOH/g。

1.6 以国际单位表示的数值应视为标准。本标准中不包括其他计量单位。

*1.7 本标准并不声称要解决与其使用相关的所有安全问题。本标准的用户有责任建立适当的安全和健康实践，并确定应用程序-在使用前的监管限制的能力。*具体警告说明，见第7节第10节和X2.2节。

## 2. 所引用的文件

2.1 *ASTM标准：*[2]

D1193试剂水规范

## 3. 使用的术语

*3.1 产品定义：*

3.1.1 碱数——特定酸的数量，用每克样品等效数毫克的氢氧化钾表示，需要使用指定的检测系统将特定溶剂中的样品滴定到指定的端点。

## 4. 试验方法汇总表

4.1 样品溶解在氯苯和冰乙酸的基本无水混合物中，并使用电位滴定计用高氯酸中的冰乙酸溶液滴定。使用玻璃指示电极和参考电极，后者通过盐桥与样品溶液连接。仪表读数根据滴定溶液的相应体积进行绘制，并在结果曲线的拐点处取终点。

4.2 程序A使用120mL的滴定溶剂。程序B使用60mL的滴定溶剂。此外，这两个程序使用不同的方程式来计算适当的样本权重。由于试验方法的许多部分与程序A和B相同，因此对于两个版本的试验方法，只能单独描述唯一的部分。

4.3 偶尔，某些使用过的油在前滴定模式下不会发生变化，在这种情况下，使用醋酸钠滴定剂进行后滴定修改。

[1]本试验方法由ASTMD02石油产品、液体燃料和润滑油委员会管辖，并由液体燃料和润滑油分析D02.06小组委员会直接负责。

当前版于2015年12月1日获得批准。2016年2月出版。最初于1970年获得批准。上一版本在2011年被批准为D2896-11。部门：10.1520/d2896-15.

该试验方法已经赞助委员会批准，并由合作协会按照既定程序接受。

[2]有关参考的ASTM标准，请访问ASTM网站，www.astm.org，或联系ASTM客户服务部service@astm.org.有关ASTM标准手册卷信息，请参阅ASTM网站上的标准文件摘要页。

***本标准的末部分**

版权所有©ASTM国际，巴尔港路100号，邮箱C700，西康肖霍肯，宾夕法尼亚州19428-2959。美国

## 5. 重要性和使用情况

5.1 新的和二手的石油产品可以含有作为添加剂存在的基本成分。这些材料的相对量可以通过与酸的滴定来确定。碱数是油中基本物质量的度量，总是在测试条件下。它有时被用作服役中润滑油降解的测量方法；然而，任何谴责限制都必须根据经验确定。

## 6. 仪器设备

6.1 电位滴定计，自动记录或手动记录。

6.2 *玻璃电极，pH0至11，通用型。*

6.3 如第10节所述的无水银/氯化银（Ag/AgCl）参考电极。（另见第19.1节。）

注3：一些带有框状或纤维隔片的参考电极和一些组合玻璃加参考电极系统，如单杆玻璃加氯银/氯化银电极组件。在这种测试方法的开发过程中，使用这些类型的电极在一些实验室出现了问题，但在其他实验室却没有。因此，在此测试方法中允许使用这些电极，只要使用高氯酸钠桥；然而，当使用它们时出现稳定性或其他问题时，应使用套筒式电极。

6.4 搅拌器，机械或电气，可变速，螺旋桨或化学惰性材料。使用电气搅拌器时，必须接地，以便在滴定过程中断开或连接电机的电源不会产生表读数的永久变化。只要满足搅拌条件，可使用带搅拌棒的磁性搅拌器。

6.5 Buret，10mL或20mL，毕业于0.05mL分区，并以精度为60.02mL进行校准，或一个精度相似的自动滴定器。

6.6 滴定烧杯，由硼硅酸盐玻璃或其他合适的滴定烧杯制成，建议采用较高的形式。

6.6.1 对于程序A，请使用容量为250mL或300mL的烧杯。对于程序B，使用约150mL容量的烧杯，以使60mL的滴定溶剂将覆盖电极。

注4：可使用其他容量合适的烧杯。

6.7 滴定支架，适合支持烧杯、电极、搅拌器和滴定器。需要一种允许拆卸烧杯而不干扰电极、化油器和搅拌器的装置。

注5-当滴定组件（烧杯和电极）接近时，某些设备可能对静电干扰很敏感，通过记录笔或仪表指示器的不稳定运动显示
运算符。在这种情况下，用铜筒紧紧着烧杯
用电动接地的纱布。

## 7. 试剂和材料

7.1 试剂纯度—所有试验中应使用试剂级化学品。除非另有说明，否则所有试剂应符合委员会的规范：关于美国化学学会分析试剂的发球台，在那里有这样的规格。[3]可以使用其他等级，只要首先确定试剂具有足够高的纯度以允许使用，而不降低测定的准确性。

7.2 水的纯度——除非另有说明，否则提及的水应理解为符合规范D1193中I、II或III类要求的试剂水。

7.3 *乙酸、冰酸（警告—有毒和刺激物）。*

7.4 醋酸酐（警告：有毒物质和刺激物）。

7.5 氯苯（警告-有毒物质和刺激物）。

7.6 *高氯酸，醋酸中的标准溶液（0.1N）*[4]（警告：干燥或加热时具有强大的氧化剂。应非常小心，避免在可能导致后续干燥或加热的条件下接触有机物，溢出物应立即用水彻底清洗）——混合8.5mL70%至72%高氯酸（次氯酸$_4$，70%至72%)(或10.2mL的60%至62%次氯酸$_4$使用500mL冰乙酸和30mL(如果为60%至62%次氯酸，则为35mL)$_4$使用醋酸酐的溶液。用冰乙酸稀释至1L。让解决方案保持24小时。

注6：应避免使用过量的乙酸酐，以防止任何可能存在的初级或二次胺的乙酰化。

7.7 *邻苯二甲酸氢钾——(KHC)*$_8$H$_4$O$_4$).

7.8 高氯酸钠电解液(警告-高氯酸钠是有毒的和刺激物。当它被加热时，它也是一种强大的氧化剂。在可能导致后续干燥或加热的情况下，应非常小心地避免接触有机物，溢出物应立即用水彻底清洗。）制备一种高氯酸钠的饱和溶液(次氯酸钠$_4$)在冰川乙酸中。未溶解的次氯酸钠$_4$应始终出现在溶液的底部。

7.9 滴定溶剂-在两卷冰苯中加入一卷冰乙酸。

7.10 *无水碳酸钠*$_2$公司$_3$).

7.11 *乙酸钠溶液，醋酸中的0.1N（对于反向滴定，见第16和第17节）——溶解5.3g无水钠*$_2$公司$_3$300mL冰乙酸。溶液完成后，用乙酸稀释至1L。

## 8. 试剂的标准化

8.1 高氯酸溶液高氯酸溶液的标准化方法（次氯酸$_4$)以下两种程序有所不同：

[3]试剂化学品，美国化学学会规范，美国化学学会，华盛顿特区。有关美国化学学会未列出的试剂测试的建议，请参阅实验室化学品模拟标准，BDHLtd.，普尔，多塞特，英国，和美国药典和国家配方，美国药典公约公司(USPC)，洛克维尔，马里兰州。

[4]已经准备好的商业购买。

ASTM国际公司版权所有（保留所有权利）；美国东部时间2021年7月26

8.1.1 程序A（120mL）——在120° C的烤箱中加热大量的邻苯二甲酸氢钾2小时，并使其冷却。取0.1g至0.2g的邻苯二甲酸氢重至最近的0.1mg钾，溶解于40mL的热冰乙酸中。加入80mL氯苯，冷却，用0.1N次氯酸滴定$_4$溶液，使用在10.1至10.4和11.4至11.7中给出的电极系统和程序。通过用于确定基准数的相同程序检测终点（见14.2）。对40mL冰乙酸和80mL氯苯进行空白滴定（见11.8）。

8.1.2 程序B（60mL）—在120° C烤箱中加热邻苯二甲酸氢钾2小时并冷却。取0.05g至0.1g邻苯二甲酸氢钾至0.1mg，溶解于20mL的热冰乙酸中。加入40mL氯苯，冷却，并用0.1N次氯酸滴定$_4$. 8.1.1Carry所述溶液对20mL冰乙酸和40mL氯苯进行空白滴定（见11.8）。

8.1.3 计算正态性，$N_A$，的次氯酸$_4$解决方案如下：

$$N_A = 1000W/@204.23 \cdot \tilde{} V2b!\# \quad (1)$$

*其中：*

*W* =邻苯二甲酸氢钾，g，
*V* =次氯酸$_4$所使用的溶液，mL，和
*b* 空白滴定值与V对应的=体积，mL。

注7——由于有机液体的体积膨胀系数相对较大，乙酰次氯酸$_4$溶液应在标准化温度的65° C范围内使用。如果在高于5° C的温度下使用，则将使用的体积乘以1-（t • 0.001）。如果在温度低于5° C时使用，
乘以系数1+（t • 0.001），其中标准化和使用温度之间摄氏度的差，总是正。

8.2 乙酸钠溶液醋酸钠溶液的标准化方法$_2$公司$_3$)以下两种程序有所不同：

8.2.1 程序A（120mL）-使用120mL的滴定溶剂和8.00mL的0.1NHClO$_4$解决方案。使用10.1至10.4、醋酸钠和11.4至11.7中给出的电极系统和程序，用0.1N醋酸钠溶液滴定。通过与确定基准数相同的程序检测终点（见14.2）。计算正态性，$N_B$，中的醋酸钠溶液如下：

$$N_B = @\tilde{} 8.002b!N_A\#/G \quad (2)$$

*其中：*

*b* 空白滴定值与V对应的=体积，
*N*次氯酸的=正态性解决方案，以及
*G* =体积的标准醋酸钠用于
标准化标准，mL。

8.2.2 程序B（60mL）——使用60mL的滴定溶剂和4.00mL的0.1N次氯酸$_4$解决方案。标题的描述，如
8.2.1.计算正态性，$N_B$ 中的醋酸钠溶液如下：

$$N_B = @\tilde{} 4.002b!N_A\#/G \quad (3)$$

*其*
*中：*

*b* 空白滴定值与V对应的=体积，
*N*次氯酸的=正态性解决方案，以及
*G* =体积的标准乙酰乙酸钠使用于
标准化标准，mL。

## 9. 样品的制备

9.1 必须确保样品具有代表性，因为任何沉积物可以是酸性或碱性的，或吸附样品吸附的酸性或碱性材料。必要时，对样品进行加热，以帮助混合。取样前应大力摇晃二手油，确保均匀。

注8：由于旧油在储存中可能发生明显变化，从润滑系统去除后应尽快测试样品，否则应注明取样和测试日期。

## 10. 电极系统的制备

10.1 电极的制备——当参考电极从水桥更改为非水桥时，排出水溶液，用水冲洗所有氯化钾晶体，然后用次氯酸钠冲洗外护套（盐桥）几次$_4$电解质溶液。最后用次氯酸钠填充外夹套$_4$电解液溶液一直延伸到填充孔。使用套筒式电极时，应小心取下接地玻璃套筒，并彻底擦拭两个接地表面。松散地更换套筒，让几滴电解液排出，冲洗磨碎玻璃接头，并用电解液彻底弄湿地面。将套筒固定到位，用次氯酸钠重新填充外部夹克$_4$电解质溶液，用氯苯冲洗电极。在使用时，参考电极中的电解液水平应保持在滴定烧杯中液体的水平以上，以防止污染物进入盐桥。不使用时，向参考电极加注次氯酸钠$_4$电解液溶液，将束留在填充孔内，将两个电极浸入蒸馏水中，保持电解液水平高于蒸馏水。

10.2 电极测试-在首次使用或安装新电极时，测试电表-电极组合，然后按如下时间间隔进行重新测试：

10.2.1 程序A-将电极浸入100mL冰醋酸加0.2gKHC的良好搅拌的混合物中8H4O4 并记录由仪表给出的读数。用氯苯冲洗电极，浸入100mL冰醋酸加1.5mL0.1N次氯酸$_4$解决方案。读数之间的差值应至少为0.3V。

10.2.2 程序B-将电极浸入60mL冰醋酸和0.1gKHC的良好搅拌的混合物中8H4O4 并用仪表记录读数静脉。用氯苯冲洗电极，浸入50mL冰醋酸加0.75mL0.1N次氯酸中$_4$解决方案。读数之间的差值应至少为0.3V。

注9——有关检查电极性能的可能程序，请参见附录X4。

10.3 电极的清洁-滴定后，必须正确清洁电极

继续进行随后的滴定。有这样一种方法
被发现合适的是首先用滴定溶剂清洗电极，以去除任何粘附的油性材料

滴定法。然后用水清洗电极，以溶解任何次氯酸钠$_4$可以已经形成在参考电极的套筒周围并恢复玻璃电极的水凝胶层。用滴定溶剂再次冲洗。在开始一系列样品滴定之前，按照这个冲洗程序，然后在溶剂上运行一或两个空白滴定，以调节电极。必要时，重复空白滴定。

10.4 电极的维护——有理由相信玻璃电极已经接触时，可以通过浸入冷铬酸（警告-腐蚀和致癌）或5min的非含铬强氧化酸清洗溶液清洗，然后彻底水洗。在该清洁处理后，如10.2所述测试电极，可通过排水和重新加注新鲜次氯酸钠来清洁基准电极. $_4$解决方案。始终保持基准电极中的电解液水平高于滴定烧杯中液体的水平。不允许电极在滴定溶剂的任何滴定时间内。虽然电极不是极脆弱，但始终要小心处理，特别是避免刮擦玻璃电极。

## 11. 程序A（120mL）

11.1 根据其预期基准编号BN计算所需样本数量，如下：

样品的近似重量，g528/预期的BN （4）

注10—对于反滴定程序（参见16.2），或在分析使用的油时，可能需要使用较小的样品重量。

11.1.1 将样品称重到滴定烧杯中，应用如下限制。最多应取20g来进行分析。

| 样品重量，g | 的精度<br>重量，g |
|---|---|
| 10岁至20岁 | 0.05 |
| 5个至10个 | 0.02 |
| 1个至5个 | 0.005 |
| 0.25至1.0 | 0.001 |
| 0.1至0.25 | 0.0005 |

11.2 向样品中加入120mL的滴定溶剂。

11.3 将烧杯放在滴定架上，搅拌溶液，直到样品溶解。

注11：如果样品溶液困难，在滴定烧杯中溶解在80mL氯苯中，然后加入40mL冰乙酸。许多二手油都含有一些不会溶解的固体材料。这是一种经常被观察到的情况。

11.4按照10.1、10.2中的指示准备电极，和10.3.将电极放置在溶液中，使其尽可能地浸没。在整个测定过程中继续搅拌，速度足以产生剧烈搅拌，不溅，也不搅拌溶液中的空气。调整仪表，使其读取在毫伏量表的上部；例如，700mV。对于没有此调整的简单仪表，有必要将一个电极源与电极串联起来。适合使用一个1.5V的干电池和电位分配器。

11.5 向滴油器加注0.1N次氯酸$_4$溶液并将滴定器放置在滴定组件的位置，注意尖端浸没在烧杯中液体表面的水平以下。记录初始滴油器和仪表（电池电位）读数。

*11.6 滴定值：*

11.6.1 手动滴定-添加适当的一小部分滴定剂，在等待恒定电位建立（注12）后，记录滴油器和仪表读数。在滴定开始时，在任何后续区域（变化）中，0.1mL滴定剂产生的总变化始终超过0.03V（对应于0.5pH比例单位），添加0.05mL部分。在0.1mL增量改变电位小于0.03V的中间区域（高原）中，增加足以产生约等于但不大于0.03V的总潜在变化。以这种方式命名，直到潜在的变化小于0.005V(对应于
0.1pH刻度单位），每0.1mL。

注12-考虑细胞势常数，当它变化小于
最低电压为0.005V。

11.6.2 自动记录滴定——根据制造商说明调整仪器，并将滴定速度设置为最大1.0mL/。

11.7 滴定完成后，除去烧杯，用滴定溶剂，然后用水冲洗电极和滴定液头（见10.3）。不使用时储存在水中（见10.1）。

11.8 对每组样品，使用120mL的滴定溶剂进行空白滴定。对于手动滴定，请添加0.1N次氯酸$_4$溶液增加0.05mL，等待每次添加，直到建立一个恒定的细胞电势。在每次增量后记录仪表和滴油器读数。按照第11.6.2节中的程序进行自动滴定。

## 12. 程序B（60mL）

12.1 根据其预期基准编号计算所需的样品数量如下：

样品的近似重量，g510/预期的BN (5)

注13—对于反向滴定程序（见17.2），可能需要使用较小的样本重量。

12.1.1 将样品称重到滴定烧杯中，应用如下限制。最多应取10g来进行分析。

| 样品重量，g | 的精度<br>重量，g |
|---|---|
| 5个至10个 | 0.02 |
| 1个至5个 | 0.005 |
| 0.25至1.0 | 0.001 |
| 0.1至0.25 | 0.0005 |

注14—对于程序B，特别是对于需要小样本重量的高基数样本。

12.2 向样品中加入60mL的滴定溶剂。

12.3 将样品放在滴定台上，搅拌溶液，直到样品溶解。

ASTM国际公司版权所有（保留所有权利）；美国东部时间2021年7月26

注15：如果样品溶液困难，在滴定烧杯中溶解在40mL氯苯中，然后加入20mL冰乙酸。

12.4 按照10.1、10.2中的指示准备电极，以及10.3.将电极放置在溶液中，使其尽可能地浸没。在整个测定过程中继续搅拌，速度足以产生剧烈搅拌，不溅，也不搅拌溶液中的空气。调整仪表，使其读取在毫伏量表的上部；例如，700mV。对于没有此调整的简单仪表，可能需要将一个电位源与电极串联起来。适合使用一个1.5V的干电池和电位分配器。

12.5 向滴油器加注0.1N次氯酸$_4$溶液并将滴定器放置在滴定组件的位置，注意尖端浸没在烧杯中液体表面的水平以下。记录初始滴油器和仪表（电池电位）读数。

*12.6 滴定值：*

12.6.1 手动滴定-添加适当的一小部分滴定剂，在等待建立恒定电位（注12）后，记录滴油器和仪表读数。在滴定开始时，在任何后续区域（变化）中，0.1mL滴定剂产生的总变化始终超过0.03V（对应于0.5pH比例单位），添加0.05mL部分。在0.1mL增量改变电位小于0.03V的中间区域（高原）中，增加足以产生约等于但不大于0.03V的总潜在变化。以这种方式命名，直到潜在的变化小于0.005V(对应于0.1pH刻度单位），每0.1mL。

12.6.2 自动记录滴定——根据制造商说明调整仪器，并将滴定速度设置为最大1.0mL⁄。

12.7滴定完成后，取下烧杯和继续清洁电极（见10.3）。存储的不使用时的水中电极（见10.1）。

12.8每组样品为60mL滴定溶剂的空白。对于手动滴定，请添加0.1N次氯酸$_4$溶液增加0.05mL，等待每次添加，直到建立一个恒定的细胞电势。在每次增量后记录仪表和滴油器读数。请按照以下步骤进行操作可使用12.6.2来进行自动滴定。

## 13. 质量控制检查

13.1 通过分析质量控制(QC)样品，确认设备或程序的性能。建议酌情分析其他QC样品，例如在一批样品结束时或在固定数量的样品之后。可使用控制图表技术对这些质量控制样本的结果进行分析。[5]当对QC样品的测试结果超过控制范围时可能需要采取纠正措施，如仪器重新校准。在预期使用期间，应提供充足的质量控制样品材料，并且在预期储存条件下应均匀和稳定。如果可能，QC样品应代表典型分析的样品，并应在监测测量过程之前确定QC样品的平均值和控制限值。QC样品的精度必须与本测试方法的精度和偏差部分中给出的精度进行比较，以验证仪器是否正常工作。

注16-由于QC样品储存时基数可能发生变化，因此当出现失控情况时，QC样品的稳定性可能是误差的原因。

## 14. 计算方法

14.1 对于手动滴定，根据相应的计读数绘制添加的酸的体积。

14.2 从手动或自动滴定获得的图中解释终点。终点是拐点的中点，曲线变成凹凸的点。一个有用但不是强制性的指南是，终点之前和后面是至少50mV⁄0.1mL的滴定剂。

14.3 当没有拐点或只有一个非常差的拐点时，继续进行第16节或第17节的反向滴定。在后滴定过程中获得的变化优选是满足14.2中描述的标准。

14.4 如下方式计算基准数BN：

$$BN，mgKOH/g5@\tilde{}E2F!\cdot N_A\cdot 56.1\#/S \quad (6)$$

*其中：*

*E* =次氯酸$_4$用于滴定样品到滴定曲线拐点mL，
*F* 同一空白滴定时与E对应的=体积
*N* 样品作为样品，mL
$_A$次氯酸的=正常性解决方案，以及
*S* =样本，g。

## 15. 报告报告

15.1 报告结果如下：

基号~D2896 2 程序A或B! 5个结果 (7)

在使用附录X2中所述的替代溶剂时，不得使用本报告格式。而是使用X2.4中描述的格式。

15.2 报告小于100mg 0.1mgKOH/g，值100或更高至1mgKOH/g。

## 16. 反向滴定，程序A（120mL）

16.1 一些二手油采用第11节所述的试验方法，没有一定的拐点或非常差的拐点。当遇到这种情况时，可以使用以下修改后的测试方法。在这个修改的试验方法中，过量标准次氯酸$_4$将溶液添加到样品中，然后加入多余的次氯酸$_4$溶液用标准的醋酸钠溶液重新滴定。

[5]ASTMMNL7，数据控制图分析展示手册，第3节：个人控制图，第6版，ASTM国际，宾夕法尼亚州。

ASTM国际公司版权所有（保留所有权利）：美国东部时间2021年7月26

16.2 准确称重中规定的样品量
11.1进入滴定烧杯中。（详见注释17。）

注17—反向滴定修改的样本量不超过5g。当5g样品未发现拐点时，将样本量减至3g，然后重复分析。减少样本量通常会提高拐点的清晰度。但是，应注意的是，导致精确陈述的合作工作（见19.2）最大使用了5g的样本量。

16.3 将样品溶解于80mL氯苯中，加入40mL乙酸。

16.4 使用容积式滴定器或管道来准确地添加8.00mL，标准0.1N次氯酸$_4$对烧杯的解决方案。（标准的次氯酸$_4$解决方案必须过量。如有必要，增加超过8.00mL并相应纠正（16.7）。

16.5 搅拌烧杯中的内容物2min。

16.6 命名未中和的次氯酸$_4$带标准溶液的溶液0.1N乙酸钠溶液。按照第11节所述的方式进行滴定。对于后滴定，起点的范围为0mV至100mV。

16.7 无需单独称重至16.6，反向滴定程序见11.1至11.6.2，但样本量不超过5g（见注释17）。当从正向滴定明显不存在满意的变化时，注意标准次氯酸的体积$_4$解决方案，然后进行16.6。标准化（8.2.1）应符合标准次氯酸的体积$_4$解决方案。

16.8 如下方式计算基准数BN：

$$BN, mgKOH/g5@\tilde{}G2H! \cdot N_B \cdot 56.1\#/S \quad (8)$$

*其中：*

*G* 标准化中使用的标准乙酸钠的=体积，mL（见8.2.1或8.2.2），
*M*醋酸钠溶液的=正常性，
*H* 样品中使用的=标准醋酸钠的用量反向滴定，mL，和
*S* 样品的重量为=，g。

## 17. 反向滴定，程序B（60mL）

17.1 根据第12节所述的测试方法，一些使用过的油没有提供拐点或仅提供非常差的拐点。当遇到这种情况时，可以使用以下修改后的测试方法。在这个修改的试验方法中，过量标准次氯酸$_4$将溶液添加到样品中，然后加入多余的次氯酸$_4$溶液用标准的醋酸钠溶液重新滴定。

17.2 准确称重滴定烧杯中12.1中规定的量（见注18）。

注18—反向滴定修正的样品量不超过2.5g。当2.5g样品未发现拐点时，将样品量减至1.5g并重复分析。减少样本量通常会提高拐点的清晰度。

17.3 将样品溶解于40mL氯苯中，加入20mL乙酸。

**表1从日志分布中得出的初步精度**

| | 银银 氯化物类 | 玻璃合金 |
|---|---|---|
| 可重复性 | 0.013*X | 0.004*X |

其中：X是至少两个确定值的平均值

17.4 使用容积式滴定器或管道来准确地添加4.00mL，标准0.1N次氯酸$_4$对烧杯的解决方案。（标准的次氯酸$_4$解决方案必须过量。如有必要，增加超过4.00mL并相应纠正（17.7）。

17.5 搅拌烧杯中的内容物2min。

17.6 命名未中和的次氯酸$_4$带标准溶液的溶液0.1N乙酸钠溶液。按照第12节所述的方式进行滴定。对于后滴定，起点的范围为0mV至100mV。

17.7 如果不超过17.6，反向滴定程序适用于12.1至12.6.2规定的样本，但样本量不超过2.5g（见注释18）。当从正向滴定明显不存在满意的变化时，注意标准次氯酸的体积$_4$解决方案，然后进行17.6。标准化（8.2.2）应符合标准次氯酸的体积$_4$所使用的解决方案。

17.8 按照16.8中所述，计算基本编号。

## 18. 反向滴定的结果报告

18.1 报告结果如下：

按反向标题计算的基准编号
~试验方法D2896 2 程序A或B! 5个结果

## 19. 精度和偏差[6]

19.1 *初步计算精度*[7]-使用氯化银参考电极的该测试方法的初步重复性等于或优于使用电流测试方法中规定的参考电极。初步得出的试验结果详见表1。小组委员会将在未来五年内继续确定其精度。

*19.2 程序A（120mL）：*

19.2.1 通过实验室间结果的统计检验确定的该试验方法的精度如下（见注15和注17）：

19.2.1.1 可重复性——同一操作员获得的两个测试结果之间的差异，在正常和正确的试验方法中，仅在二十情况下会超过以下值：

| | 平均值的百分比 |
|---|---|
| 具有正向滴定功能的所有机油 | 3 |
| 需要反向滴定的旧机油 | 24 |

注19--由于1986年合作社的数据不足

[6]支持数据已提交到ASTM国际总部，并可通过请求提交研究报告RR：D02-1011和RR：D02-1237来获得。

[7]表1中的初步重复性由一个实验室获得，四个样本各进行四次测量，基数可达17。

ASTM国际公司版权所有（保留所有权利）；美国东部时间2021年7月26

为了确定二手油的后滴定程序的精度，后滴定精度数据是在1972年的研究中获得的数据。计划进行一个新的合作研究，以确定使用现代仪器的后滴定精度。

19.2.1.2 可重复性——从长远来看，在不同实验室工作的不同操作人员获得的两个独立结果之间的差异，仅在二十种情况下会超过以下值：

| | 平均值的百分比 |
|---|---|
| 具有正向滴定功能的所有机油 | 7 |
| 需要反向滴定的旧机油 | 32 |

注20—建立这些精度值的基准数值范围见附录X1。

19.2.2 偏差——本测试方法中的基准数测量程序没有偏差，因为本测试方法只能根据测试方法来定义基准数。

*19.3 程序B（60mL）：*

19.3.1 实验室间结果统计检验确定的试验方法的精度如下：（见注15和注17）：

19.3.1.1 可重复性——同一操作员获得的两个测试结果之间的差异，在正常和正确的试验方法中，仅在二十情况下会超过以下值：

| | 平均值的百分比 |
|---|---|
| 具有正向滴定功能的所有机油 | 5 |

19.3.1.2 可重复性——从长远来看，在不同实验室工作的不同操作人员获得的两个独立结果之间的差异，仅在二十种情况下会超过以下值：

| | 平均值的百分比 |
|---|---|
| 具有正向滴定功能的所有机油 | 7 |

19.3.2 偏差——本测试方法中的基准数测量程序没有偏差，因为本测试方法只能根据测试方法来定义基准数。

## 20. 关键词

20.1 碱数高氯酸石油产品电位滴定法

## 项目附录

### （非强制性信息）X1。测试

### 覆盖范围

X1.1在开发原始试验方法（程序A）和降低滴定溶剂体积的试验方法（程序B）的过程中，对覆盖各种油和添加剂浓缩油的样品进行了合作试验。然而，即便如此，也不可能覆盖基数的完整范围。人们认为，合理的插值和外推从所使用的范围不会引入严重的精度误差。

X1.2精度所使用的范围如下：X1.2.1新鲜油—基数为6至70。

*X1.2.2添加剂浓度-5至300的基数。*

*X1.2.3使用的二手石油—基准编号从5至27。*

### X2.替代性溶剂

X2.1为了消除该试验方法中的氯苯，开发了一种替代溶剂。对覆盖新油和所用油的添加剂浓缩油的样品进行了合作测试。结果表明，这两种溶剂提供了统计上等效的结果；然而，替代溶剂的精度比原来的要差。段落X2.5.5描述了如何使用两种不同的溶剂来比较结果。

### X2.2试剂

X2.2.1二烯，混合。（警告：易燃性。蒸汽是有害的。）

X2.2.2替代滴定溶剂-在两卷混合木乙酸中加入一卷冰乙酸。

### X2.3操作程序

X2.3.1除混合木烯取代氯苯，替代滴定溶剂取代滴定溶剂外，完全遵循本试验方法的程序A。

注X2.1-在替代滴定溶剂中按体积添加约10%的丙酮可降低电极噪声，并可使用。然而，使用丙酮添加到替代滴定溶剂中的测试方法的精度尚未确定。

ASTM国际公司版权所有（保留所有权利）；美国东部时间2021年7月26

### X2.4..报告

X2.4.1报告结果如下：

基号~试验方法D2896 2 替代溶剂，X2！5个结果X2.4.2报告基数值小于100mg至0.1mgKOH/G和值100或更高值的结果

1毫克/KOH/g。

### X2.5精度和偏差

X2.5.1使用新溶剂和旧油以及添加剂精矿通过循环确定该替代溶剂试验方法的精确度和偏差。基数值覆盖的范围约为0.5到400。研究报告中提供了循环赛结果的统计分析。[8]

X2.5.2可重复性——同一操作员取得的两个试验结果之间的差异，长期来看，在正常和正确的试验方法下，仅在二十情况下会超过以下值：

占平均值的6.2%

注X2.2-作为同一循环赛的一部分，使用氯苯进行分析。使用氯苯的重复性计算为平均值的3.4%。

X2.5.3再现性——从长远来看，在不同实验室工作的不同操作人员获得的两个独立结果之间的差异，仅在二十情况下会超过以下值：

占平均值的16.2%

注X2.3-作为同一循环赛的一部分，使用氯苯分析相同的样品。使用氯苯的重现性计算为平均值的8.7%。

X2.5.4相对偏差-氯苯和混合二苯法之间未检测到系统偏差。

X2.5.5要比较使用不同溶剂获得的结果，请使用以下方法：

X2.5.5.1可重复性—使用两种不同的溶剂系统，由同一操作员在相同的操作条件下使用相同的测试材料获得，在测试方法的正常正确运行中，在二十种情况下只能超过以下值：

占平均值的5.0%

X2.5.5.2再现性——使用两种不同的溶剂系统的不同结果，在测试方法的正常和正确运行中，仅在二十种情况下会超过以下值：

占平均值的13.0%

[8]支持数据已提交至ASTM国际总部，并可通过请求提交研究报告RR：D02-1345来获得。

## X3.替代性电解质

X3.1在某些实验室已经研究了替代电解质的使用。关于各种类型的油和添加剂的有限数据表明，所研究的两种替代电解质提供了统计上与冰乙酸中的高氯酸钠相同的数据。

### X3.2试剂

X3.2.1四乙基溴化铵(TEABr)。X3.2.2乙二醇。

X3.2.3四乙基溴化铵电解液-在乙二醇中制备0.4M锡溶液。

X3.2.4乙醇。（警告：易燃、有毒，尤其是变性时。）

X3.2.5氯化锂，氯化锂。

X3.2.6氯化锂电解液--在乙醇中制备1M至3M的氯化锂（氯化锂）溶液。

### X3.3操作程序

X3.3.1严格遵循本试验方法的程序A和B，但乙醇中的氯化锂或乙二醇中的TEABr代替次氯酸钠除外$_4$在乙酸中作为参考电极中的电解质。

### X3.4.报告

X3.4.1报告结果如下：

基号~试验方法D2896 2 替代电解液，X3！5个结果

### X3.5精度和偏差

X3.5.1未确定这些替代电解质的精度和偏置。初步数据表明，与本试验方法中规定的高氯酸盐电解质中获得的数据相比，具有良好的相关性。

ASTM国际公司版权所有（保留所有权利）；美国东部时间2021年7月26

## X4.检查电极的性能

X4.1动态电极测试测量电极的动力学响应。电极可以用可接受的斜率和截距值进行校准，但仍然没有足够好的响应来滴定。响应速度和随后的稳定性对滴定电极很重要。下面介绍了一种手动方法，可使用pH表或滴定器连续读数毫伏。

X4.2该方法的本质在于挑战来自具有缓冲器的水溶液中的电极，并在30秒和60秒之后测量电位。快速电极在不到30秒内达到稳定点，从30秒到60秒之间变化很小。根据需要使用缓冲器pH4、pH7和pH11进行此检查。

X4.3进行试验的程序如下。设置滴定器或pH表以连续读取毫伏。以滴定的相同速度搅拌缓冲液。使电极在蒸馏水或同等的去离子水中稳定一分钟。删除内容来自水中的电极，并将它们放在pH4缓冲器中，大约在缓冲器接触到电极的那一刻启动停止观察。30年代后，请注意其潜力。再过了30年代，再注意一下潜力。这两个电势之间的差值被称为漂移。对pH7缓冲区和pH11缓冲区重复此步骤。

X4.4计算三个缓冲区的漂移。电极响应可判断如下：

*(1)* 漂移<1，非常优秀

*(2)* 1<漂移<2，很好

*(3)* 2<漂移<3，可接受

*(4)* 3<漂移<4，有问题

*(5)* 4>漂移，不可接受

X4.5pH4缓冲区和pH7缓冲的60s电位差应大于162mV或54mV/pH值。斜率小于54mV/pH值的电极是不可靠的滴定的。

## 变更情况汇总表

小组委员会D02.06已经确定了自可能影响本标准使用的上一期（D2896-11）以来，本标准的选定变更的位置。（2015年12月1日批准）

（1）修订了第10.3款和第12.7款。

*ASTM国际公司对与本标准所述任何项目相关的任何专利权的有效性没有任何立场。本标准的用户将被明确告知，确定任何此类专利权的有效性，以及侵犯此类权利的风险，完全是他们自己的责任。*

*本标准可随时由负责的技术委员会修订，必须每五年审查一次，如果未修订，请重新批准或撤回。本标准修订或附加标准，应提交ASTM国际总部。您的意见将在负责的技术委员会的会议上得到仔细考虑，您可以参加。如果您认为您的意见没有得到公正的听证，您应该在以下地址向ASTM标准委员会公布您的意见。*

*本标准版权归美国ASTM国际公司所有，巴尔港大道100号，C700邮政信箱，邮编19428-2959。通过联系上述地址或610-832-9585（电话）、610-85-832-9555（传真）单独转载本标准（单份或多份），或service@astm.org（电子邮件）；或通过ASTM网站（www.astm.org）。复印本标准的许可权也可获得来自版权许可中心，红木大道222号，邮编01923，电话：（978）646-2600；http://www.copyright.com/*