

润滑脂游离碱和游离有机酸测定法

(2004年确认)

代替 SY 2707—79(82)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定碱金属和碱土金属皂所稠化的润滑脂中游离碱和游离有机酸的含量。
本标准适用于润滑脂。

2 方法概要

将润滑脂试样加入溶剂油(或苯)-乙醇混合溶剂中,加热回流至试样完全溶解。酚酞为指示剂,以盐酸标准滴定溶液滴定其游离碱或以氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定其游离有机酸。

3 试剂与材料

3.1 试剂

- 3.1.1 95%乙醇:分析纯。用95%乙醇7.5体积与3.5体积蒸馏水配成60%乙醇水溶液。
- 3.1.2 氢氧化钾:分析纯。用精制的乙醇配成氢氧化钾乙醇标准滴定溶液[$c(\text{KOH}) = 0.05\text{mol/L}$]。
- 3.1.3 盐酸:分析纯。用蒸馏水配成盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl}) = 0.05\text{mol/L}$]。
- 3.1.4 苯:分析纯。
- 3.1.5 酚酞:配成10g/L乙醇指示液。

3.2 材料

橡胶工业用溶剂油。

4 仪器

- 4.1 磨口锥形瓶或锥形烧瓶:250~300mL。
- 4.2 微量滴定管:2mL,分度为0.02mL。
- 4.3 蛇形或球形冷凝管:长约300mm。
- 4.4 电热板或水浴。
- 4.5 刮刀。
- 4.6 烧杯或瓷杯。
- 4.7 量筒:50和100mL。

5 准备工作

用刮刀将试样的表面刮掉,然后在不靠近容器壁的至少三处,取约等量的试样,装在小烧杯中搅匀。

6 试验步骤

6.1 在清洁、干燥的磨口锥形烧瓶中称取试样2~3g,精确至0.001g;试验粘稠和难溶润滑脂时,称取1~1.5g,精确至0.001g;试验含有游离有机酸在0.1以下的润滑脂时,可称取4~5g,精确

至 0.1g。

6.2 在另一只清洁、干燥的磨口锥形烧瓶中，加入溶剂油 30mL 和 60%乙醇 20mL，用具有磨口塞的回流冷凝管或用冷凝管上具有锡纸包住的软木塞塞好，在不断摇动下，将混合物煮沸 5min。对难溶于溶剂油的试样，可用苯代替溶剂油。

注：对皂含量较高的润滑油及深色润滑油允许加入溶剂油 60mL 和 60%乙醇 40mL。

向煮沸过的溶剂油—乙醇混合物中，加入 3~4 滴酚酞乙醇指示液，在不断摇动下趁热用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(3.1.2)中和，直至淡玫瑰红色出现为止。

6.3 将中和过的溶剂油—乙醇混合物，注入装有已称试样的磨口锥形烧瓶中，用具有磨口塞的回流冷凝管或用冷凝管上具有用锡纸包住的软木塞塞好。在不断摇动下煮沸，直至试样完全溶解，再继续煮沸 5min，然后从冷凝管上取下，用锡纸包住的软木塞将装有混合物的锥形瓶塞好，在不断摇动的情况下，用冷却水冷却至室温。

向混合物中加入 3~4 滴酚酞乙醇指示液，在不断摇动下进行滴定，若乙醇—水层为玫瑰红色时用盐酸标准滴定溶液(3.1.3)滴定，直至颜色消失；若乙醇—水层为无色时，用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定，直至淡玫瑰红色出现，滴定要连续进行但不超过 3min。

7 计算

7.1 试样的游离碱 X [NaOH%(m/m)]按式(1)计算：

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.040 \times 100}{m} = \frac{V \cdot c \times 4.0}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：V——滴定试样混合液所消耗盐酸标准滴定溶液(3.1.3)的体积，mL；

c——盐酸标准滴定溶液(3.1.3)的实际浓度，mol/L；

m——试样的质量，g；

0.040——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$]相当的以克表示的碱(以氢氧化钠表示)的质量。

7.2 试样的游离有机酸含量以酸值或以百分数表示。

7.2.1 试样的酸值 K (mgKOH/g)按式(2)计算：

$$K = \frac{V \cdot c \times 0.0561}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

式中：V——滴定试样混合液所消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(3.1.2)的体积，mL；

c——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(3.1.2)的实际浓度，mol/L；

m——试样的质量，g；

0.0561——与 1.00mL 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液 [$c(\text{KOH}) = 1.000\text{mol/L}$]相当的以克表示的酸(以氢氧化钾表示)的质量。

7.2.2 试样的游离有机酸 X [换算为油酸%(m/m)]按式(3)计算：

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.2825 \times 100}{m} = \frac{V \cdot c \times 28.25}{m}$$

式中：V——滴定试样混合液所消耗氢氧化钾乙醇标准溶液(3.1.2)的体积，mL；

c——氢氧化钾乙醇标准溶液(3.1.2)的实际浓度，mol/L；

m——试样的质量，g；

0.2825——与 1.00mL 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液 [$c(\text{KOH}) = 1.000\text{mol/L}$]相当的以克表示的油酸的质量。

8 精密度

8.1 重复性

8.1.1 游离碱重复测定的两个结果间的差数，不应超过 0.02% (m/m)。

8.1.2 酸值重复测定两个结果间的差数，不应超过下列数值：

酸值, mgKOH/g	允许差数, mgKOH/g
< 0.1	0.02
0.1 ~ 1.0	0.05
> 1.0	0.1

8.1.3 游离有机酸重复测定两个结果间的差数，不应超过 0.02% (m/m) (换算至油酸)。

9 报告

9.1 取重复测定两个结果的算术平均值，作为试样的游离碱或游离有机酸的测定结果。

9.2 试样中游离碱含量在 0.02% (m/m) 以下时，判断为无。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准首次发布于 1954 年。