

 БЪЛГАРСКИ ИНСТИТУТ ЗА СТАНДАРТИЗАЦИЯ	ПРОЕКТ НА БЪЛГАРСКИ СТАНДАРТ	прБДС 1752
	НЕФТОПРОДУКТИ Определяне на киселинността и киселинното число	
ICS 75.080		Заменя БДС 1752:1988
Petroleum products - Determination of acidity and acid number		
<p><u>ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:</u> Този документ е проект на БДС 1752:2022 на етап „Обществено допитване“ за получаване на становища по неговото съдържание. Документът не трябва да се разглежда като български стандарт.</p> <p>Този проект е актуален до 15.03.2022 г.</p> <p>Когато този документ се одобри, неговото съдържание може да бъде различно от това на проекта</p>		
		<i>Стр. 1, вс. стр. 14</i>

СЪДЪРЖАНИЕ

Предговор	3
1 Обект и област на приложение	4
2 Нормативни позовавания	4
3 Термини и определения	4
4 Принцип	5
5 Реагенти и материали	5
6 Апаратура	5
6.1 Метод А	5
6.2 Метод В	6
7 Вземане на проби	7
8 Процедура	7
8.1 Метод А	7
8.2 Метод В	9
9 Изчисляване	10
9.1 Метод А	10
9.2 Метод В	11
10 Представяне на резултатите	11
11 Прецизност	12
11.1 Метод А	12
11.2 Метод В	12
12 Протокол от изпитването	13
Приложение А (информационно) Определяне на киселинното число с разтвор на индикатор алкално синьо 6В с повишена чувствителност	14

ПРЕДГОВОР

Този документ е разработен от БИС/ТК 67 „Нефтопродукти и смазочни материали“.

Този документ заменя и отменя БДС 1752:1988.

Обръща се внимание на възможността някои от елементите на този документ да са обект на патентни права. От БИС не трябва да бъде търсена отговорност за идентифициране на някои или на всички подобни патентни права.

Спрямо предишното издание са направени следните промени:

- осъвременена е структурата на стандарта;
- добавена е точка 3 „Термини и определения“;
- добавена е точка 4 „Принцип“;
- позовани са актуалните стандарти към момента на настоящата преработка на БДС 1752;
- добавена е точка 7 „Вземане на проби“, като са позовани актуалните стандарти за вземане на проби;
- описаните в две точки методи за изпитване са разделени съответно като Метод А и Метод В;
- добавена е точка 12 „Протокол от изпитването“.

ПРОЕКТ

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Прилагането на този документ може да бъде свързано с опасни материали, действия и съоръжения. Стандартът не разглежда всички въпроси за безопасност, свързани с неговото прилагане. Отговорност на ползвателите на този документ е да предприемат необходимите мерки, за да гарантират безопасността и здравето на персонала преди прилагането на този документ и да изпълняват законовите и изискванията на нормативните актове за тази цел.

1 Обект и област на приложение

Този документ описва процедура за определяне на киселинността на автомобилни бензини, керосин, газьоли за промишлени и комунални цели, горива за дизелови двигатели и на киселинно число на масла без присадки, разтворими в смес от етанол и толуен или ксилен.

Описани са два метода:

Метод А: Определяне на киселинността и киселинното число чрез титриране с разтвор на калиев хидроксид в етанол

Метод В: Определяне на киселинното число чрез титриране с разтвор на калиева хидроксид в пропан-2-ол в атмосфера, свободна от въглероден диоксид

Методите за определяне на киселинното число могат да се използват и за масла с присадки, ако това е посочено в спецификацията на продукта.

2 Нормативни позовавания

Следните документи са позовани в текста по такъв начин, че част от тях или цялото им съдържание представлява изисквания на този документ. За датираните позовавания се прилага само цитираното издание. За недатираните позовавания се прилага последното издание на позовавания документ (включително измененията).

БДС 7563	<i>Реактиви и особено чисти вещества химически индикатори. Приготвяне на разтвори на индикатори</i>
БДС EN ISO 3170	<i>Течни нефтопродукти. Ръчно вземане на проби</i>
БДС EN ISO 3171	<i>Течни нефтопродукти. Автоматично вземане на проби от тръбопровод</i>
БДС EN ISO 385	<i>Лабораторна стъклария. Бюрети</i>
БДС ISO 2049	<i>Нефтопродукти. Определяне на цвят (ASTM скала)</i>
БДС ISO 4793	<i>Лабораторни синтеровани филтри. Класове на поръзност. Класификация и означаване</i>

3 Термини и определения

За целите на този документ се прилагат следните термини и определения:

3.1 киселинност

количеството калиев хидроксид (KOH), изразено в милиграми на 100 ml проба, необходимо за титриране на всички компоненти с киселинни свойства, съдържащи се в порцията за изпитване, при условията на стандарта

3.2 киселинно число

количеството калиев хидроксид (KOH), изразено в милиграми на грам проба, необходимо за титриране на всички компоненти с киселинни свойства, съдържащи се в порцията за изпитване, при условията на стандарта

4 Принцип

Метод А се състои в неутрализиране на компонентите с киселинни свойства в пробата за изпитване чрез титриране с разтвор на калиев хидроксид в етанол в присъствие на индикатор във въздушна атмосфера, или в атмосфера свободна от въглероден диоксид.

Метод В се състои в неутрализиране на компонентите с киселинни свойства в пробата за изпитване, разтворена в смес от пропан-2-ол, толуен и вода, чрез титриране с разтвор на калиев хидроксид в пропан-2-ол в присъствие на индикатор в атмосфера, свободна от въглероден диоксид.

ЗАБЕЛЕЖКА: Метод В е приложим за масла с цвят по БДС ISO 2049, не по-висок от 2,5.

5 Реагенти и материали

Използват се само реагенти със степен на чистота „за анализ“.

5.1 Етанол

5.2 Калиев хидроксид

5.3 Пропан-2-ол

5.4 Толуен или ксилен

5.5 Нитразиново жълто, 0,5 %-ен воден разтвор по БДС 7563

5.5 Фенолфталеин, 0,1 %-ен алкохолен разтвор по БДС 7563

5.7 Алкално синьо 6В

5.8 Калиев бифталат или янтарна киселина

5.9 Натронкалк

5.10 Солна киселина, 0,1 mol/l, стандартен алкохолен разтвор

5.11 Бариев хидроксид

5.12 Дестилирана вода

6 Апаратура

6.1 Метод А

За извършване на изпитването се използва следното лабораторно оборудване:

6.1.1 Конусни колби с шлиф от 100 ml, 200 ml или 300 ml;

6.1.2 Обратен хладник с шлиф, воден, с дължина не по-малка от 280 mm или въздушен, с дължина не по-малка от 500 mm;

6.1.3 Мерителни цилиндри от 100 ml, 1000 ml или 2000 ml;

6.1.4 Мерителни колби от 100 ml и 1000 ml;

6.1.5 Микробюрети от 5 ml с най-малко скално деление 0,02 ml по БДС EN ISO 385;

6.1.6 Пипети на Фол от 50 ml;

6.1.7 Дефлегматор;

6.1.8 Съклени фунии за топло филтриране;

6.1.9 Везна, с точност до 0,001 g;

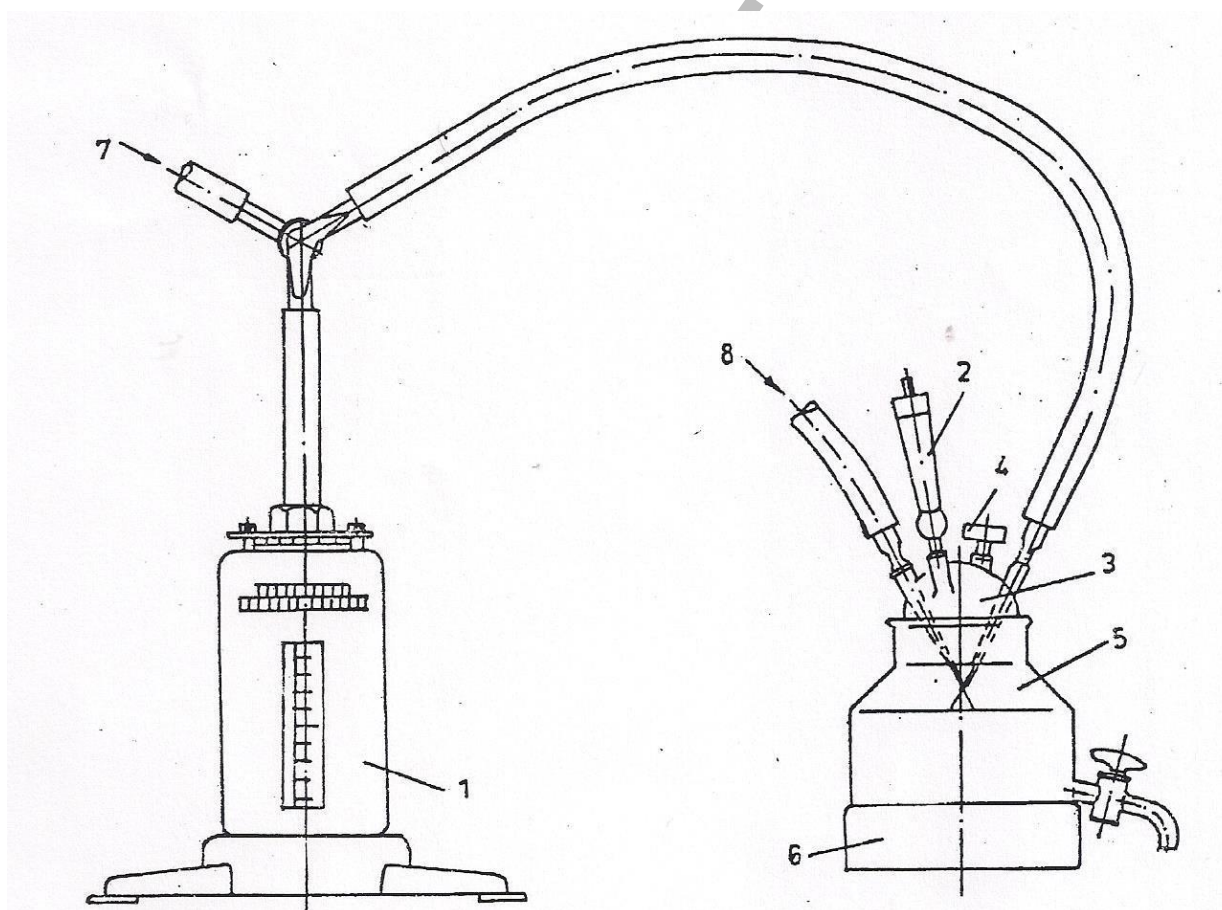
6.1.10 Ексикатор;

6.1.11 Бюхнерова фуния;

6.1.12 Книжен филтър.

6.2 Метод В

За извършване на изпитването е необходима апаратура, съгласно принципната схема, дадена на фигура 1 и следното лабораторно оборудване:



Легенда:

- | | | | |
|---|------------------------------|---|---------------------------|
| 1 | автоматична бюрета (6.2.2) | 5 | съд за титриране (6.2.1) |
| 2 | абсорбционна тръбичка | 6 | магнитна бъркалка (6.2.3) |
| 3 | капак | 7 | титриращ разтвор |
| 4 | отвор за подаване на пробата | 8 | подаване на азот (въздух) |

Фигура 1 – Схема за определяне на киселинно число, Метод В

6.2.1 Стъклен съд за титриране с обем около 500 ml, снабден с кран и похлупак с шлиф, на който има четири отвора с шлиф, в които се поставят тръбички за подаване на пробата, титриращият разтвор, азот или въздух (свободен от въглероден диоксид) и тръбичка с патронник;

6.2.2 Микробюрета от 2 ml с най-малко скално деление 0,01 ml, клас А по БДС EN ISO 385.

Бюретата трябва да бъде снабдена със защитна тръбичка, напълнена с натронкалк или друго, поглъщащо въглеродния диоксид вещество. Допуска се използване на автоматична бюрета със същата или по-висока точност на отчитане.

6.2.3 Магнитна бъркалка с променлива честота на въртене;

6.2.4 Източник на азот или въздух, свободен от въглероден диоксид;

6.2.5 Стъклена спринцовка от 100 ml;

6.2.6 Мерителни колби от 100 ml и 1000 ml;

6.2.7 Мерителни цилиндри от 100 ml и 1000ml;

6.2.8 Облодънна колба от 1500 ml;

6.2.9 Пипета от 2 ml;

6.2.10 Стъклен филтър Р 40 по БДС ISO 4793;

6.2.11 Обратен хладник с шлиф, воден, с дължина не по-малка от 280 mm или въздушен, с дължина не по-малка от 500 mm;

6.2.12 Везна, с точност до 0,1 g.

7 Вземане на проби

Освен ако не е определено друго в техническата спецификация, пробите се вземат съгласно БДС EN ISO 3170 или БДС EN ISO 3171.

8 Процедура

8.1 Метод А

8.1.1 Подготовка за изпитване

8.1.1.1 Приготвяне на 85 % разтвор на етанол

Към 11 ml дестилирана вода (5.12) се добавят 89 ml етанол (5.1).

8.1.1.2 Приготвяне на стандартизиран разтвор на калиев хидроксид в етанол, 0,05 mol/l

а) приготвяне

Претеглят се $(3,0 \pm 0,1)$ g калиев хидроксид (5.2), разтварят се в 1000 ml етанол (5.1) при разбъркване и разтворът се оставя да престои на тъмно 24 h.

Прозрачният разтвор се отдекантира в тъмно стъкло и се запушва.

б) стандартизиране на алкохолния разтвор на калиев хидроксид

Концентрацията на този разтвор на калиев хидроксид се стандартизира по следния начин:

Използват се прекристализирани калиев бифталат или янтарна киселина, получени по следните процедури:

- 70 g калиев бифталат (5.8) се разтварят в 200 ml гореща дестилирана вода (5.12). Прекристализацията се провежда при температура, не по-ниска от 25 °C. Получените кристали се сушат до постоянна маса при (105 ± 5) °C.
- 100 g янтарна киселина (5.8) се разтваря при кипене в 165 ml дестилирана вода (5.12). Разтворът се филтрира през стъклена фуния за топло филтриране (6.1.8). След охлаждане на разтвора кристалите се филтрират през бюхнерова фуния (6.1.11) и отново се прекристализират. Получените кристали се сушат до постоянна маса при (105 ± 5) °C.

Прекристализираните калиев бифталат или янтарна киселина се поставят в тегловни стъкла и се съхраняват в ексикатор (6.1.10). Преди всяко използване за определяне на моларността, те се сушат 1 h при (105 ± 5) °C.

В конусна колба от 100 ml (6.11) се претеглят от 0,05 g до 0,07 g прекристализирани калиев бифталат или янтарна киселина с точност 0,002 g, разтварят се в 50 ml прясно преварена дестилирана вода (5.12), добавят се 3-4 капки фенолфталеин (5.5) и се титрира с разтвор на калиев хидроксид с микробюрета (6.1.5), горният край на която е свързан с тръбичка, напълнена с натронкалк (5.9). Краят на титрирането се установява по появата на розово оцветяване, което трябва да се задържи не по-малко от 30 s.

Моларността, M , на алкохолния разтвор на калиев хидроксид в mol/l се изчислява по формула (1):

$$M = \frac{56,11 \times m}{E \times V} \times 1000 \quad (1)$$

където:

- 56,11 е молекулната маса на калиевия хидроксид;
- m е масата на калиевия бифталат или янтарната киселина, g;
- E е молекулната маса на калиевия бифталат, 204,23, или на янтарната киселина, 59,04;
- V е количеството алкохолен разтвор на калиев хидроксид с концентрация 0,05 mol/l, изразходвано за титрирането, ml;

При определяне на моларността за резултат се взема средната стойност от три паралелни определяния, които се различават се помежду си с не повече от 0,03 mol/l.

Моларността на разтвора се проверява не по-рядко от веднъж на две седмици.

8.1.1.3 Приготвяне на разтворител с индикатор на алкално синьо 6В

Претеглят се (0,80 ± 0,01) g алкално синьо 6В (5.7) и се разтварят в 1000 ml етанол (5.1), добавят се 1500 ml толуен или ксилен (5.4). Сместа се оставя да престои 12 h, след което се филтрира през книжен филтър (6.1.12) за отстраняване на неразтворения индикатор.

ЗАБЕЛЕЖКА: За приготвяне на разтвор на индикатор алкално синьо 6В с по-голяма чувствителност, виж Приложение А.

8.1.1.4 Подготовка на пробата за изпитване

Преди изпитването пробата се разклаща в продължение на 5 min в съд, напълнен не повече от $\frac{3}{4}$ обема му. Вискозните нефтопродукти предварително се нагряват до 60 °C.

8.1.2 Определяне на киселинността

8.1.2.1 В конусна колба (6.1.1) се налива с мерителен цилиндър (6.1.3) 50 ml 85 %-ен разтвор на етанол и се кипи на обратен хладник (6.1.2) 5 min. В кипящия етанол се прибавят 0,25 ml (или 8-10 капки) нитразиново жълто (5.5) и се неутрализира чрез титриране на горещо при непрекъснато разбъркване с алкохолен разтвор на калиев хидроксид с концентрация 0,05 mol/l (8.1.1.2) до преминаване на жълтия цвят в зелен.

8.1.2.2 В колбата с неутрализирания горещ алкохол се прибавят с пипета на Фол (6.1.6) 50 ml проба и се кипи на обратен хладник (6.1.2) 5 min.

8.1.2.3 Ако съдържанието на колбата след кипенето запази зеления си цвят, изпитването се прекратява и се записва „отсъствие“ на киселинност за изпитваната проба.

8.1.2.4 Ако съдържанието на пробата след кипенето измени цвета си, титрира се на горещо с алкохолен разтвор на калиев хидроксид с концентрация 0,05 mol/l (8.1.1.2) до преминаване на жълтия цвят (или жълт оттенък) в зелен (или зелен оттенък). Оцветяването трябва да се запази без разбъркване 30 s.

Титрирането се извършва бързо и на горещо, за да се избегне влиянието на въглеродния диоксид от атмосферата.

8.1.3 Определяне на киселинното число

8.1.3.1 В конусна колба (6.1.1) се претегля необходимото количество проба, съгласно таблица 1, с точност 0,01 g.

Таблица 1 – Маса на пробата за изпитване в зависимост от киселинното число

Киселинно число	Маса на пробата за изпитване, g
от 0 до 0,2	20 ± 2
над 0,2 до 0,5	10 ± 2
над 0,5 до 1,0	5,0 ± 0,5
над 1,0	2,0 ± 0,2

Прибавят се с мерителен цилиндър (6.1.3) 40 ml разтворител с индикатор алкално синьо 6В (8.1.1.4) и се разклаща до пълното разтваряне на пробата.

8.1.2.2 Съдържанието на колбата се титрира при леко разбъркване с алкохолен разтвор на калиев хидроксид с концентрация 0,05 mol/l. Еквивалентният пункт се установява при промяна на цвета от син (или син оттенък) в червен (или червен оттенък).

ЗАБЕЛЕЖКА: Ако еквивалентният пункт при титриране се установява трудно, приготвянето на индикатора и титрирането могат да е извършат по начина, описан в Приложение А.

8.1.2.3 Успоредно се титрира празна проба, като се използва същото количество разтворител с индикатор алкално синьо 6В (8.1.1.4), без пробата за изпитване.

8.2 Метод В

8.2.1 Подготовка за изпитване

8.2.1.1 Приготвяне на разтворител

Към 495 ml пропан-2-ол (5.3) се добавят с 500 ml толуен (5.4) и 5 ml дестилирана вода (5.12). Сместа се съхранява в стъклен съд с шлифована запушалка.

8.2.1.2 Приготвяне на стандартизиран разтвор на калиев хидроксид в пропан-2-ол, 0,1 mol/l

В облодънна колба от 1500 ml (6.2.8) се наливат 1000 ml пропан-2-ол (5.3) и (6 ± 0,1) g калиев хидроксид (5.2). Сместа се кипи на обратен хладник (6.2.11) в продължение на 10 min до 15 min, охлажда се при стайна

температура, прибавят се около 2 г бариев хидроксид (5.11) и сместа отново се кипи в продължение на 10 min до 15 min. След охлаждане до стайна температура колбата се запушва и разтворът се оставя да престои едно денонощие, след което се филтрира през стъклен филтър Р 40 (6.2.10).

Разтворът се съхранява на тъмно или в тъмно стъкло и не трябва да бъде в контакт с корк, гума и смазка.

Моларността, M , на разтвора на калиев хидроксид в пропан-2-ол в mol/l се определя по формула (1).

8.2.1.3 Приготвяне на разтвор на алкално синьо 6В

Приготвя се 1 %-ен алкохолен разтвор на алкално синьо 6В при спазване на изискванията на БДС 7563.

8.2.1.4 Подготовка на пробата за изпитване

Пробата се подготвя съгласно 8.1.1.4.

8.2.2 Определяне на киселинното число

8.2.2.1 В съда за титриране 5 (виж фигура 1) се поставят 100 ml разтворител от пропан-2-ол (8.2.1.1) и толуен (5.4), 2 ml 1 %-ен алкохолен разтвор на алкално синьо 6В (8.2.1.3) и с пипета (6.2.9) една капка разтвор на солна киселина с концентрация 0,1 mol/l (5.10). Поставя се капакът 3 с монтираните на него тръбички.

8.2.2.2 Тръбичка 8 се свързва с източника на азот или въздух, свободен от въглероден диоксид (6.2.4), посредством мека връзка (каучуков маркуч или шлаух). Тръбичка 7 се свърза с бюретата 1. Връзката се осъществява по подходящ начин в зависимост от типа на използваната бюрета. Върхът на бюретата или накрайника, при използване на автоматична бюрета, трябва да бъде на разстояние 20 mm от повърхността на разтвора, приготвен съгласно 8.2.2.1.

8.2.2.3 За предотвратяване на изпръскване на титриращия разтвор, върхът на тръбичка 8 трябва да бъде по-високо от върха на бюретата.

8.2.2.4 През тръбичка 8 се пропуска слаба струя азот или въздух, свободен от въглероден диоксид. Скоростта на потока се регулира така, че да не се получи налягане и изместване на капака.

8.2.2.5 След 10 s до 15 s разтворителят внимателно се неутрализира чрез титриране с разтвор на калиев хидроксид в пропан-2-ол (8.2.1.2) при непрекъснато разбъркване с магнитна бъркалка 6. Еквивалентният пункт се установява по промяна на цвета на индикатора от син в червен, който не се променя в продължение на не по-малко от 15 s.

8.2.2.6 С помощта на спринцовка (6.2.5) през отвор 4 се подават 50 ml от пробата за изпитване. Отворът се затваря с капачка. Масата на пробата се определя, като спринцовката се претегля с точност 0,1 g преди и след подаването на пробата в съда за титриране 5.

8.2.2.7 След хомогенизиране сместа се титрира по описания в 8.2.2.5 начин.

8.2.2.8 След завършване на изпитването разтворът се отстранява от съда за титриране чрез изпускане през кранчето. Съдът 5 се промива двукратно с по около 20 ml разтворител (8.2.1.1).

9 Изчисляване

9.1 Метод А

9.1.1 Киселинност

Киселинността се изчислява в mg KOH/100 ml по формула (2):

$$\text{Киселинност} = \frac{V_1 \times M \times 100}{V_0} \quad (2)$$

където:

- V_1 е количеството алкохолен разтвор на калиев хидроксид с моларност 0,05 mol/l, изразходвано за титриране на пробата, ml;
- M е моларността на алкохолния разтвор на калиев хидроксид, mol/l;
- V_0 е количеството на пробата, ml;

9.1.2 Киселинно число

Киселинното число се изчислява в mg KOH/g по формула (3):

$$\text{Киселинно число} = \frac{|V_2 - V_3| \times M}{m} \quad (3)$$

където:

- V_2 е количеството алкохолен разтвор на калиев хидроксид с моларност 0,05 mol/l, изразходвано за титриране на пробата, ml;
- V_3 е количеството алкохолен разтвор на калиев хидроксид с моларност 0,05 mol/l, изразходвано за титриране на празната проба, ml;
- M е моларността на алкохолния разтвор на калиев хидроксид, mol/l;
- m е масата на пробата, g;

За резултат се взема средната стойност от резултатите на две паралелни определяния, разликата между които не превишава посочената в таблица 2 и се записва с точност до втория знак след десетичната запетая.

9.2 Метод В

Киселинното число се изчислява в mg KOH/g по формула (4):

$$\text{Киселинно число} = \frac{V \times M}{m} \quad (4)$$

където:

- V е количеството разтвор на калиев хидроксид в пропан-2-ол с моларност 0,1 mol/l, изразходвано за титриране на пробата, ml;
- M е моларността на разтвора на калиев хидроксид в пропан-2-ол, mol/l;
- m е масата на пробата, определена като разликата между масата на спринцовката с пробата и масата на спринцовката след подаването на пробата, g;

За резултат се взема средната стойност от резултатите на две паралелни определяния, разликата между които не превишава посочената в таблица 3 и се записва с точност до втория знак след десетичната запетая.

10 Представяне на резултатите

Резултатите се представят съответно като:

- киселинност, в mg KOH/100 ml, закръглени до най-близкия 0,01 mg KOH/100 ml
- и

- киселинно число, в mg KOH/g, закръглени до най-близкия 0,01 mg KOH/g.

11 Прецизност

11.1 Метод А

11.1.1 Повторяемост, r

Разликата между резултатите от последователни изпитвания, получени от един и същ оператор, в една и съща лаборатория, с една и съща апаратура, при постоянни работни условия, върху един и същ материал за изпитване, при многократно нормално и правилно прилагане на този метод за изпитване не може да превишава стойностите, дадени в таблица 2.

11.1.2 Възпроизводимост, R

Разликата между резултатите от два независими резултата от изпитване, получени от различни оператори, работещи в различни лаборатории, върху един и същ материал за изпитване, при многократно нормално и правилно прилагане на този метод за изпитване не може да превишава следните стойности, дадени в таблица 2.

Таблица 2 – Повторяемост и възпроизводимост

Киселинност, mg KOH/100 ml / Киселинно число, mg KOH/g	Повторяемост r		Възпроизводимост R	
	mg KOH/100 ml	mg KOH/g	mg KOH/100 ml	mg KOH/g
до 0,5	0,08	0,06	0,20	0,10
над 0,5 до 1,0	0,10	0,10	0,25	0,20
над 1,0	0,20	0,20	-	0,40

11.2 Метод В

11.2.1 Повторяемост, r

Разликата между резултатите от последователни изпитвания, получени от един и същ оператор, в една и съща лаборатория, с една и съща апаратура, при постоянни работни условия, върху един и същ материал за изпитване, при многократно нормално и правилно прилагане на този метод за изпитване не може да превишава стойностите, дадени в таблица 3.

11.2.2 Възпроизводимост, R

Разликата между резултатите от два независими резултата от изпитване, получени от различни оператори, работещи в различни лаборатории, върху един и същ материал за изпитване, при многократно нормално и правилно прилагане на този метод за изпитване не може да превишава следните стойности, дадени в таблица 3.

Таблица 3 – Повторяемост и възпроизводимост

Киселинно число, mg KOH/g	Повторяемост, mg KOH/g r	Възпроизводимост, mg KOH/g R
от 0,02 до 0,05	0,01	0,01
над 0,05 до 0,1	0,01	0,02

12 Протокол от изпитването

Протоколът от изпитването трябва да съдържа най-малко следната информация:

- a) позоваване на този документ, т.е. БДС 1752;
- b) вида и пълната идентификация на пробата за изпитване;
- c) резултата от изпитването (виж точка 10);
- d) всяко отклонение от определената процедура, по споразумение или по друга причина;
- e) датата на изпитването.

ПРОЕКТ

Приложение А (информационно)

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА КИСЕЛИННОТО ЧИСЛО С РАЗТВОР НА ИНДИКАТОР АЛКАЛНО СИНЬО 6В С ПОВИШЕНА ЧУВСТВИТЕЛНОСТ

А.1 Приготвяне на разтвор на индикатор алкално синьо 6В

Екстрахират се ($2 \pm 0,1$) g алкално синьо 6В (5.7) с 80 ml до 100 ml етанол (5.1) в апарат Soxhlet. Разтворът се филтрира, ако е необходимо, и се долива до 100 ml с етанол (5.1). Прибавят се 3 ml разтвор на солна киселина с концентрация 0,1 mol/l (5.10) и се оставя да престои 24 h. Определят се киселинното число на дадена проба, за да се провери дали в еквивалентния пункт цветът се променя от ясно син в червен, сравним с цвета на 10 %-ен разтвор на кобалтов нитрат. Ако чувствителността на индикатора е недостатъчна, процедурата с добавяне на разтвор на солна киселина с концентрация 0,1 mol/l се повтаря отново и след 24 h се определя киселинното число на пробата.

Тази процедура се повтаря, докато се постигне задоволителна чувствителност на индикатора.

А.2 Определяне на киселинното число

В конусна колба (6.1.1) се наливат с мерителен цилиндър (6.1.3) 40 ml разтворител, състоящ се от толуен или ксилен (5.4) и етанол (5.1) в съотношение 3:2 и се прибавят 0,5 ml индикатор алкално синьо 6В (8.1.1.4). Разтворът се неутрализира чрез титриране с разтвор на калиев хидроксид в етанол с концентрация 0,05 mol/l (8.1.1.2) до получаване на червен цвят, сравним с този на 10 %-ен разтвор на кобалтов нитрат, който да се задържа най-малко 1 s.

Неутрализиращият разтворител се прибавя към претегленото количество проба при разбъркване. Ако сместа добие мораво син цвят, титрира се незабавно с разтвор на калиев хидроксид в етанол с концентрация 0,05 mol/l (8.1.1.2) при температура, не по-висока от 30 °C. Еквивалентния пункт се установява по промяна на мораво синия в червен цвят, сравним с този на 10 %-ен разтвор на кобалтов нитрат, който да се задържа 15 s. Не е необходимо да се продължава титрирането, тъй като присъствието на въглероден диоксид в атмосферата забележимо се отразява на резултата. За избягване на този ефект и за постигане на по-висока точност се препоръчва титриране в азотна атмосфера.