

Izolační kapaliny - Stanovení čísla kyselosti - Část 2: Kolorimetrická titrace	ČSN EN 62021-2 34 6707
---	----------------------------------

idt IEC 62021-2:2007

Insulating liquids - Determination of acidity -
Part 2: Colourimetric titration

Liquides isolants - Détermination de l'acidité -
Partie 2: Titrage colorimétrique

Isolierflüssigkeiten - Bestimmung des Säuregehaltes -
Teil 2: Kolorimetrische Titration

Tato norma je českou verzí evropské normy EN 62021-2:2007. Překlad byl zajištěn Českým normalizačním institutem. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN 62021-2:2007. It was translated by Czech Standards Institute. It has the same status as the official version.



© Český normalizační institut, 2008
Podle zákona č. 22/1997 Sb. smějí být české technické normy rozmnožovány
a rozšiřovány jen se souhlasem Českého normalizačního institutu.

80809

IEC 60475 dosud nezavedena

IEC 60567 zavedena v ČSN EN 60567 ed. 2 (34 6725) Olejem plněná elektrická zařízení - Odběr vzorků plynů a oleje pro analýzu volných a rozpuštěných plynů - Návod (idt EN 60567:2005)

ISO 5725 soubor zaveden v souboru ČSN ISO 5725 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření

ISO 6619 zavedena v ČSN ISO 6619 (65 6214) Ropné výrobky a maziva - Stanovení neutralizačního čísla potenciometrickou titrací

Informativní údaje z IEC 62021-2:2007

Tato mezinárodní norma byla připravena IEC technickou komisí 10: Kapaliny pro elektrotechnické aplikace.

Text této normy vychází z těchto dokumentů:

FDIS	Zpráva o hlasování
10/692/FDIS	10/696/RVD

Úplné informace o hlasování při schvalování této normy je možné nalézt ve zprávě o hlasování uvedené v tabulce.

Tato publikace byla navržena ve shodě se Směrnicemi ISO/IEC, Část 2.

Komise rozhodla, že obsah této publikace se nebude měnit až do konečného data vyznačeného na internetové adrese <http://webstore.iec.ch> v termínu příslušejícímu dané publikaci. K tomuto datu bude publikace

- znovu potvrzena;
- zrušena;
- nahrazena revidovaným vydáním, nebo
- změněna.

Vysvětlivky k textu převzaté normy

anglický termín	obvyklé termíny	použitý termín
standardized	ofaktorován	normalizován

Vypracování normy

Zpracovatel: ORGREZ a.s., IČ 46900829, Ing. Jiří Brázdil, Ph.D., MBA

Technická normalizační komise: TNK 110 Elektroizolační materiály

Pracovník Českého normalizačního institutu: Ing. Zuzana Nejezchlebová, CSc.

ICS 29.040.10

Izolační kapaliny - Stanovení čísla kyselosti -

Část 2: Kolorimetrická titrace

(IEC 62021-2:2007)

Insulating liquids - Determination of acidity -

Part 2: Colourimetric titration

(IEC 62021-2:2007)

Liquides isolants - Détermination de l'acidité -

Partie 2: Titrage colorimétrique

(CEI 62021-2:2007)

Isolierflüssigkeiten - Bestimmung des

Säuregehaltes -

Teil 2: Kolorimetrische Titration

(IEC 62021-2:2007)

Tato evropská norma byla schválena CENELEC 2007-07-01. Členové CENELEC jsou povinni splnit Vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy.

Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Ústředním sekretariátu nebo u kteréhokoliv člena CENELEC.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CENELEC do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Ústřednímu sekretariátu, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CENELEC jsou národní elektrotechnické komitety Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédsko a Švýcarska.

CENELEC

Evropský výbor pro normalizaci v elektrotechnice

European Committee for Electrotechnical Standardization

Comité Européen de Normalisation Electrotechnique

Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung

Ústřední sekretariát: rue de Stassart 35, B-1050 Brusel

© 2007 CENELEC Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli prostředky jsou celosvětově vyhrazena členům CENELEC.

Ref. č. EN

62021-2:2007 E

elektrotechnické aplikace, byl předložen k paralelnímu hlasování IEC-CENELEC a byl schválen CENELEC jako EN 62021-2 dne 2007-07-01.

Byla stanovena tato data:

- nejzazší datum zavedení EN na národní úrovni
vydáním identické národní normy nebo vydáním
oznámení o schválení EN k přímému používání
jako normy národní (dop) 2008-04-01
- nejzazší datum zrušení národních norem,
které jsou s EN v rozporu (dow) 2010-07-01

Přílohu ZA doplnil CENELEC.

Oznámení o schválení

Text mezinárodní normy IEC 62021-2:2007 byl schválen CENELEC jako evropská norma bez jakýchkoliv modifikací.

Strana 5

Obsah

Strana

Úvod

..... 6

1 Rozsah
platnosti

..... 7

2 Citované normativní
dokumenty..... 7

3
Definice

..... 7

4
Princip

..... 7

5
Činidla

..... 7

5.1	Titrační činidlo	
		7
5.2	Titrační rozpouštědlo	 8
5.3	Hydrogenftalát draselný, primární standard.....	8
5.4	Standardní roztok kyseliny chlorovodíkové.....	8
5.5	Roztok indikátoru alkalické modři 6B.....	8
5.6	Roztok dusičnanu kobalnatého.....	8
6	Přístroje	
		8
6.1	Titrační baňka	
		8
6.2	Míchadlo	
		8
6.3	Byreta	
		8
7	Vzorkování	
		8
8	Postup	
		9
8.1	Normalizace alkoholického roztoku hydroxidu draselného.....	9

8.2 Slepá titrace

..... 9

8.3 Titrace vzorku

..... 9

9 Výpočet výsledků

..... 10

10 Přesnost

..... 10

10.1 Opakovatelnost

..... 10

10.2 Reprodukovatelnost

..... 10

11 Protokol

..... 10

Příloha A (informativní) Stanovení čísla kyselosti v elektroizolačním oleji fotometrickou
titrací..... 11

Příloha ZA (normativní) Normativní odkazy na mezinárodní publikace a na jim příslušející evropské
publikace..... 15

Obrázek A.1 - Molekulová struktura para-naftobenzeinového indikátoru v (I) kyselém prostředí a (II)
základním
prostředí

..... 13

Obrázek A.2 - UV spektrum para-naftobenzeinového indikátoru v toluen/propan-2-ol/vodném roztoku
v (a) kyselém prostředí a (b) základním
prostředí..... 14

Úvod

Normalizovaná metoda, uvedená v IEC 62021-1 je metodou pro měření čísla kyselosti nepoužitých a použitých olejů a jde o potenciometrickou titraci, která vyžaduje speciální přístrojové vybavení pro měření čísla kyselosti. V minulosti se číslo kyselosti minerálních olejů stanovovalo kolorimetrickou titrací, popsanou v IEC 60296 z roku 1982. S revizí IEC 60296 byla kolorimetrická titrace zrušena jako metoda, používající velké objemy vzorku a rozpouštědla, vytvářející nežádoucí množství odpadu.

Na druhou stranu existuje požadavek trhu na provádění kolorimetrické titrace, protože mnoho laboratoří tuto metodu používá.

Bezpečnost a ochrana zdraví

Tato mezinárodní norma nemá v úmyslu vyjmenovat všechny problémy bezpečnosti práce spojené s jejím použitím. Je odpovědností uživatele normy stanovit vhodné zdravotní a bezpečnostní podmínky a určit vhodnost regulačních omezení před jejím použitím.

S minerálními oleji, které jsou předmětem této normy, by se mělo manipulovat s důrazem na osobní hygienu. Přímý kontakt s očima může způsobit lehké podráždění. V tom případě by se mělo provést vymytí velkým množstvím čisté tekoucí vody a vyhledat lékařskou péči.

Některé zkoušky, zmíněné v této normě, obsahují použití procesů, které by mohly vést k nebezpečným situacím. Proto je třeba dbát pokynů příslušných norem.

Tato norma pracuje s minerálními izolačními oleji, chemikáliemi, použitými vzorkovacími kontejnery a kapalinou kontaminovanými pevnými látkami. Jejich odstranění by mělo být provedeno v souladu s místními předpisy s přihlédnutím na jejich vliv na životní prostředí. Každé opatření by mělo předejít vniknutí olejů do životního prostředí.

Strana 7

1 Rozsah platnosti

Tato část normy IEC 62021 popisuje postup pro stanovení čísla kyselosti nepoužitých a použitých elektroizolačních minerálních olejů.

POZNÁMKA 1 U nepoužitých a použitých minerálních izolačních olejů se mezi složky, které mohou mít kyselý charakter, řadí organické kyseliny, fenolické sloučeniny, některé oxidační produkty, pryskyřice, organokovové soli a přísady.

Tato metoda může být použita pro indikaci relativních změn, které nastávají v minerálních olejích během provozu za vnějších oxidačních podmínek a které se prokáží či neprokáží pomocí jiných vlastností výsledného minerálního oleje.

Číslo kyselosti se může použít pro kontrolu kvality nepoužitého minerálního oleje.

Protože rozmanité oxidační produkty, přítomné v použitém minerálním, oleji přispívají k jeho kyselosti a navzájem se velmi liší z hlediska korozivních vlastností, nemůže se zkouška používat pro prognózu

korozivnosti minerálního oleje při provozních podmínkách.

POZNÁMKA 2 Výsledky čísla kyselosti, získané touto zkušební metodou, mohou, ale nemusí být numericky shodné s výsledky z potenciometrických metod, ale obvykle mají stejnou hodnotu. Potenciometrická metoda používá koncový bod při pH 11,3 k zabezpečení titrace pro všechny druhy oleje, kdežto kolorimetrická metoda používá změnu barvy indikátoru při přibližně pH 9,5. To může vést k mírně vyšším výsledným hodnotám pro oleje s číslem kyselosti nad 0,3 mg KOH/g oleje, než použití potenciometrické metody.

2 Citované normativní dokumenty

Pro používání tohoto dokumentu jsou nepostradatelné následující citované dokumenty. U datovaných odkazů platí pouze uvedené vydání. Pro nedatované odkazy platí nejnovější vydání uvedeného dokumentu (včetně jakýchkoliv změn).

IEC 60475 Method of sampling liquid dielectrics

(Metoda vzorkování kapalných dielektrik)

IEC 60567 Oil-filled electrical equipment - Sampling of gases and of oil for analysis of free and dissolved gases -

Guidance

(Olejem plněná elektrická zařízení - Odběr vzorků plynů a oleje pro analýzu volných a rozpuštěných plynů - Návod)

ISO 5725 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

(Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření)

ISO 6619 Petroleum products and lubricants - Neutralization number - Potentiometric titration method

(Ropné výrobky a maziva - Stanovení neutralizačního čísla potenciometrickou titrací)

3 Definice

Pro účely tohoto dokumentu se použijí následující termíny a definice.

3.1

číslo kyselosti (*acidity*)

množství zásady, vyjádřené v miligramech hydroxidu draselného na gram vzorku, potřebné ke kolorimetrické titraci zkušebního vzorku v předepsaném rozpouštědle až do neutralizačního bodu alkalické modři 6B

3.2

nepoužitý olej (*unused oil*)

minerální olej, který ještě nebyl použit v elektrickém zařízení, nebo s ním nebyl v kontaktu

4 Princip

Zkušební vzorek se rozpustí v předepsaném rozpouštědle a kolorimetricky titruje alkoholickým roztokem hydroxidu draselného až do určeného zbarvení při použití indikátoru alkalické modři 6B.

5 Činidla

Musí se používat jen činidla definované analytické čistoty a deionizovaná voda, nebo voda odpovídající čistoty.

5.1 Titrační činidlo

Standardní alkoholický roztok 0,05 mol/l hydroxidu draselného.

Přidá se 3,0 g hydroxidu draselného do 1 000 ml $\pm$ 10 ml propan-2-olu. Pozvolna se vaří 10 minut pro dosažení účinného rozpuštění. Baňka se zchladí a uzavře zátkou.

Strana 8

Roztok se nechá 2 dny v tmavé místnosti a pak se přefiltruje zkalená kapalina přes 5 mm membránový filtr. Skladuje se ve vhodné lahvi z tmavého skla.

Koncentrace roztoku je přibližně 0,05 mol/l a musí být normalizovaná způsobem, který je popsán v 8.1. Pro případ periodických zkoušek u zařízení v provozu, může být po dohodě mezi laboratoří a vlastníkem zařízení dosaženo rychlejší titrace použitím hydroxidu draselného s koncentrací 0,1 mol/l, i když to může mít za následek horší přesnost a detekční limit.

Pokud je to nutné smí se použít komerční alkoholický roztok hydroxidu draselného zředěný propan--olem na 0,05 mol/l. Musí být standardizován, jak je popsáno v 8.1.

Roztok se skladuje a používá takovým způsobem, aby byl chráněn před atmosférickým oxidem uhličitým a nepřišel do styku s korkem, pryží nebo zmýdleným mazacím tukem kohoutu. Roztok lze chránit inertním plynem nebo prostřednictvím ochranné trubice, obsahující sodnovápenatou absorpční látku.

5.2 Titrační rozpouštědlo

propan-2-ol (izopropylalkohol; IPA), čistý.

5.3 Hydrogenftalát draselný, primární standard

Před použitím by se měl 2 hodiny sušit při teplotě 105 °C.

5.4 Standardní roztok kyseliny chlorovodíkové

Lze použít roztok kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,1 mol/l v deionizované vodě, připravený podle ISO 6619. Jiné kyseliny se dají se použít za předpokladu, že jsou certifikovány proti primárnímu standardu.

5.5 Roztok indikátoru alkalické modři 6B

Rozpustí se 2 g $\pm$ 0,1 g alkalické modři 6B v 100 ml propan-2-olu nebo azeotropického ethanolu s obsahem 1 ml roztoku kyseliny chlorovodíkové. Po 24 hodinách se provede titrace, aby se zkontrolovalo, zda byl indikátor dostatečně citlivý. Za uspokojivý se indikátor považuje tehdy, když se barva zřetelně mění od modré do červené, která je srovnatelná s barvou 10% roztoku dusičnanu

kobaltnatého. Jestliže je citlivost nedostatečná, opakuje se přidání roztoku kyseliny chlorovodíkové a zkontroluje se za 24 hodin. Postup se opakuje do té doby, než bude citlivost dostatečná. Roztok se přefiltruje a uskladní se ve skleněné lahvi na tmavém místě.

Alternativně se může použít komerční roztok alkalické modři 6B, pokud jeho koncentrace leží v pásmu od 0,05 % do 5 %. Pokud koncentrace není ani 2 %, mělo by se zvolit takové množství přidané do roztoku v 8.2 a 8.3, aby se udržela stejná mezní koncentrace.

5.6 Roztok dusičnanu kobaltnatého

10% roztok dusičnanu kobaltnatého $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, ve vodě.

6 Přístroje

6.1 Titrační baňka

Baňka by měla být co nejmenší, dostatečná svým objemem pro rozpouštědlo, vzorek a míchadlo, a inertní vůči činidlům. Preferuje se skleněná kónická baňka.

6.2 Míchadlo

Míchání může být provedeno ručně rozvřením roztoku v titrační baňce, nebo mechanicky pomocí míchadla s proměnlivou rychlostí, které je vybaveno vrtulkou, lopatkou nebo magnetickou tyčinkou s povrchem z chemicky inertního materiálu.

6.3 Byreta

Používat se musí byreta nebo stříkačka, schopná dávkování po objemu 0,001 mililitru.

7 Vzorkování

Vzorky se musí odebírat následujícím postupem, uvedeným v IEC 60475 a/nebo IEC 60567.

Důkladným promícháním se zajistí, aby byl zkoušený vzorek reprezentativní, protože jakýkoli přítomný sediment může být kyselý nebo může mít absorbovanou kyselou látku z kapalné fáze.

8 Postup

Byreta se vypláchne a naplní alkoholickým roztokem hydroxidu draselného o koncentrací 0,05 mol/l (5.1).

Alkoholický roztok hydroxidu draselného se nejméně jednou za dva týdny normalizuje proti hydrogenftalátu draselnému (5.3) nebo certifikované standardní kyselině s koncentrací 0,1 mol/l.

Slepá titrace roztoku (5.2) se provádí každý den a také po výměně rozpouštědla za čerstvou várku.

8.1 Normalizace alkoholického roztoku hydroxidu draselného

Alkoholický roztok hydroxidu draselného se normalizuje za použití vhodného indikátoru pomocí hydrogenftalátu draselného o hmotnosti od 0,1 g do 0,16 g, který je navážen s přesností na 0,000 2 g a rozpuštěn přibližně v 100 ml vody bez obsahu oxidu uhličitého.

Normalizace se může případně provádět také potenciometrickou titrací.

Vypočte se molarita M s přesností na 0,000 5 pomocí rovnice (1):

$$Molarita = \frac{1\,000 \times m \times p}{204,23 \times V} \quad (1)$$

kde

m je hmotnost hydrogenftalátu draselného, v gramech;

p procentuální čistota hydrogenftalátu draselného;

V objem roztoku hydroxidu draselného, v mililitrech.

Pro normalizaci alkoholického roztoku hydroxidu draselného se může případně použít certifikovaná standardní kyselina o koncentraci 0,1 mol/l.

Vypočte se molarita M s přesností na 0,000 5 pomocí rovnice 2.

$$Molarita = \frac{V_1 \times M_A}{V_0} \quad (2)$$

kde

V_1 je objem standardní kyseliny s koncentrací 0,1 mol/l, která se používá k titraci roztoku, v mililitrech;

M_A molarita standardní kyseliny;

V_0 objem roztoku hydroxidu draselného, v mililitrech.

8.2 Slepá titrace

Slepá titrace se realizuje pomocí normalizovaného alkoholického roztoku hydroxidu draselného při teplotě nepřevyšující 25 °C na podílech 10 ml ± 0,1 ml rozpouštědla, které obsahuje 0,5 % roztok indikátoru alkalické modři 6B (5.5). Koncového bodu se dosáhne tehdy, jakmile se barva změní z modré na červenou, která je srovnatelná s barvou roztoku dusičnanu kobaltnatého (5.6), a pokud tento stav vytrvá nejméně 15 sekund.

Titrace se provede třikrát a vypočte se průměrný výsledek, udaný v mililitrech s přesností na 0,001 ml, tak jako u hodnoty V_0 ze slepého pokusu.

Rozpouštědlo se chrání před atmosférickým oxidem uhličitým a spotřebuje se během 8 hodin.

8.3 Titrace vzorku

Do titrační baňky se naváží 5 gramů vzorku s přesností na 0,01 gramu. Přidá se 10 ml $\pm$ 0,1 ml rozpouštědla, které obsahuje 0,5% roztok indikátoru alkalické modři (5.5). Vířením se olej rozplyne a potom se ihned titruje normalizovaným roztokem hydroxidu draselného při teplotě nepřevyšující 25 °C. Typický koncový bod je popsán v 8.2. Protože se změna barvy u různých olejů liší, může být nezbytné provést po její určení předchozí titraci. V takových případech se dosáhne koncového bodu tehdy, jakmile stabilní barevná změna vydrží nejméně 15 sekund.

POZNÁMKA Před titrací se může barva změnit z modré na zelenou a v koncovém bodu z červené na světle oranžovou až tmavě žlutohnědou, v závislosti na původní barvě oleje.

Provede se vyhodnocení pro každý vzorek oleje a zaznamená se výsledek, vyjádřený v mililitrech s přesností na 0,001 ml, jako titrační hodnota V_1 .

Strana 10

9 Výpočet výsledků

Pro každé stanovení se vypočítá kyselost s přesností na 0,005, vyjádřeno v m KOH/g oleje, pomocí rovnice 3:

$$kyselost = \frac{(V_1 - V_0) \times M \times 56,1}{m} \quad (3)$$

kde

V_1 je objem alkoholického roztoku KOH, použitého pro titraci zkoušeného vzorku, v mililitrech;

V_0 průměrný objem roztoku hydroxidu draselného, použitého pro slepou titraci, v mililitrech;

M molarita alkoholického roztoku KOH;

m hmotnost použitého zkušební vzorku, v gramech.

10 Přesnost

Meze opakovatelnosti a reprodukovatelnosti byly stanoveny ve shodě s ISO 5725.

10.1 Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky postupně po sobě jdoucích zkoušek, které naměřil jeden technik jedním přístrojem za konstantních provozních podmínek na stejném zkušebním materiálu, by měla, během delší doby, v běžném a řádném provozu zkušební metody, přesáhnout níže uvedené hodnoty pouze v jednom z 20 případů.

- nepoužité oleje -15 %

- použité oleje -10 %

POZNÁMKA Hodnoty opakovatelnosti pro nepoužité oleje se aplikují pouze tehdy, když výsledek významně překročí kvantifikační limit, který byl stanovený na 0,01 mg KOH/g oleje.

10.2 Reprodukovatelnost

Rozdíl mezi dvěma jednotlivými a nezávislými výsledky, které naměřili různí technici v různých laboratořích na stejném zkušebním materiálu, by měla, během delší doby, v běžném a řádném provozu, přesáhnout níže uvedené hodnoty pouze v jednom z 20 případů.

- nepoužité oleje -35 %
- použité oleje -20 %

POZNÁMKA Hodnoty reprodukovatelnosti pro nepoužité oleje se aplikují pouze tehdy, když výsledek významně překročí kvantifikační limit, který byl stanoven na 0,01 mg KOH/g oleje.

11 Protokol

Zkušební protokol musí obsahovat minimálně následující údaje:

- Typ a identifikaci zkoušeného produktu.
- Odkaz na tuto mezinárodní normu.
- Výsledek zkoušky (viz kapitolu 9), vyjádřený s přesností na 0,01 mg KOH/g oleje.
- Jakoukoli odchylku od udaného postupu, která byla zavedena na základě dohody nebo z jiného důvodu.
- Datum zkoušky.

Příloha A (informativní)

Stanovení čísla kyselosti v elektroizolačním oleji fotometrickou titrací

A.1 Princip

Vzorek nového nebo použitého oleje se rozpustí ve směsi toluenu a propan-2-olu, která obsahuje malé množství vody. Roztok se titruje při okolní teplotě alkoholickým roztokem hydroxidu draselného. Neutralizace kyselých složek v oleji se detekuje změnou barvy přidaného para-naftolbenzeinového indikátoru a přitom se používá fotometrický senzor nastavený na 660 nm.

A.2 Činidla a rozpouštědla

- para-naftolbenzeinový indikátor (1% v alkoholickém roztoku)
- roztok hydroxidu draselného v propan-2-olu (koncentrace 1 mol/l)
- hydrogenftalát draselný
- propan-2-ol, bezvodý, čistoty vhodné pro HPLC
- toluen, čistoty vhodné pro HPLC
- demineralizovaná voda, vodivost < 0,1 mS/cm
- methanol, čistoty vhodné pro HPLC
- látka absorbující oxid uhličitý, s velikostí zrna 8-20 mesh
- látka absorbující vodu, s velikostí zrna 10-20 mesh

POZNÁMKA Doporučuje se všechna rozpouštědla, roztoky a vzorky oleje před použitím přefiltrovat.

A.2.1 Příprava titračních roztoků a rozpouštědel

A.2.1.1 Alkoholický roztok hydroxidu draselného (koncentrace 0,05 mol/l)

Nalije se 50 ml roztoku hydroxidu draselného v propan-2-olu (koncentrace 1 mol/l) do odměrné baňky objemu 1 litr. Doplní se propan-2-ol na 1 litr (roztoku).

A.2.1.2 Roztok hydrogenftalátu draselného (koncentrace 0,05 mol/l)

Ve třecí misce se rozdrtí 10 g hydrogenftalátu draselného a 1 hodinu se suší při 120 °C, pak se nechá zchladit v exsikátoru, který obsahuje látku absorbující vodu. Naváží se lopatkou přesně 5 gramů suchého hydrogenftalátu draselného a vloží se do odměrné baňky o objemu 500 ml. Malým množstvím vody se několikrát opláchne lopatka v odměrné baňce. Doplní se demineralizovanou vodou na 500 ml roztoku.

Vypočte se molarita s přesností na 0,000 5 použitím následující rovnice (A.1):

$$Molarita (M_{\text{KPH}}) = \frac{m}{204,23 \times 0,5} \quad (\text{A.1})$$

kde

m je hmotnost hydrogenftalátu draselného, v gramech.

A.2.1.3 Titrační rozpouštědlo

Složení titračního rozpouštědla, vyjádřené v % objemu: 50 % toluenu, 49,5 % propan-2-olu, 0,5 % demineralizované vody. Ke každým 100 ml titračního rozpouštědla se přidá 500 ml roztoku para-naftolbenzeinového indikátoru.

A.3 Zařízení

A.3.1 Objemový titrační přístroj

Přístroj musí být vybavený automatickou byretou o objemu 5 ml s přesností dávkování $\pm 0,01$ ml. Pro zásobník alkoholického roztoku hydroxidu draselného je nezbytná ochranná trubice s látkou absorbující oxid uhličitý.

Strana 12

A.3.2 Titrační baňka

Titrační baňka musí mít objem 100 ml a musí být inertní vůči činidlům.

POZNÁMKA Měla by se používat taková odměrná baňka, ve které je fotometrická sonda během titrace ponořená v kapalině.

A.3.3 Titrační stojan

Vhodný stojan musí poskytnout upevnění titrační nádobe, míchadlu, automatické byretě a fotometrickému senzoru.

A.3.4 Míchadlo

Míchadlo musí být mechanické nebo elektrické, s regulovatelnou rychlostí.

A.3.5 Záznamové zařízení / tiskárna

Musí být vyžadováno zařízení pro záznam/vytištění dat přicházejících z titračního přístroje a fotometrického senzoru.

POZNÁMKA 1 Instalaci titračního přístroje do digestoře se omezí výpary z rozpouštědel do prostředí laboratoře.

POZNÁMKA 2 Pro zvýšení produktivity analýz lze použít automatický dávkovač.

A.3.6 Fotometrický senzor

Vhodný senzor je vybavený lehkou vodicí sondou se skleněným vláknem, která měří propustnost světla ve viditelné oblasti spektra; dále vybavený filtrem umožňujícím měření v šířce pásma nižší než 10 nm při jakékoli vlnové délce viditelného světla.

Molekulární struktury para-naftolbenzeinového indikátoru v kyselém nebo základním prostředí jsou uvedeny na obrázku A.1. Stupeň propustnosti ultrafialového záření je v kyselém prostředí maximální při 660 nm a roztok získává oranžovou barvu (obrázek A.2). V základním prostředí je propustnost minimální při 660 nm, přičemž se barva roztoku změní na zelenou. Proto je vlnová délka fotometrického senzoru nastavena na 660 nm.

POZNÁMKA Fenolftaleinový indikátor se také může používat při 550 nm.

A.4 Postup

A.4.1 Příprava a údržba titračního systému

Je nezbytné vyčistit titrační baňku, míchadlo a fotometrický senzor methanolem a před použitím vše nechat vysušit na vzduchu.

POZNÁMKA Pokud nelze fotometr a jeho ovladač nastavit tak, aby bylo dosaženo parametrů doporučených výrobcem, může to svědčit o znečištění fotometru a měl by se důkladně vyčistit.

A.4.2 Stanovení kyselosti titračního rozpouštědla

Na titrační stojan se nainstaluje fotometrický senzor a připojí se k titračnímu přístroji. Automatická byreta se propláchne v kádince třikrát roztokem hydroxidu draselného. Trubice, jimiž prochází roztok, KOH by po těchto úkonech neměly obsahovat žádné bubliny. Vyčištěná titrační baňka se upevní na titrační stojan.

Do titrační baňky se nalije $50 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ titračního rozpouštědla. Zapne se míchadlo. Nastaví se špička automatické byrety do středu roztoku, asi 2,5 cm od míchadla. Na optické dráze fotometrického senzoru by se neměly vyskytovat žádné bubliny. Pokud tam bubliny jsou, upraví se rychlost míchání pro jejich potlačení. Napětí na fotometrickém senzoru se nastaví na 1 000 mV.

Zahájí se titrace alkoholickým roztokem hydroxidu draselného (koncentrace 0,05 mol/l) automatickou byretou. Tiskárna vytiskne titrační křivku (v mV na ml), první derivaci titrační křivky (v mV/ml na ml) a objem použitého roztoku KOH (v ml). Zaznamenaná se objem použitého KOH pro neutralizaci titračního rozpouštědla jako hodnota V_0 .

POZNÁMKA Výše uvedený postup by se měl provádět denně.

A.4.3 Určení molarity alkoholického roztoku hydroxidu draselného (koncentrace 0,05 mol/l)

Postupuje se následovně:

- Upevní se vyčištěná titrační baňka na titrační stojan.
- Nalije se $1 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$ vodného roztoku hydrogenftalátu draselného (koncentrace 0,05 mol/l) do titrační baňky. Přidá se 50 ml titračního rozpouštědla.
- Titruje se tak, jak je popsáno v A.4.2.

Strana 13

Vypočte se molarita roztoku KOH s přesností na 0,000 5 pomocí následující rovnice (A.2):

$$Molarita = \frac{1 \times M_{KHP}}{V} \quad (A.2)$$

kde

M_{KHP} je molarita hydrogenftalátu draselného

V objem roztoku hydroxidu draselného, v mililitrech;

Vypočte se konečná hodnota molarity jako průměr ze tří stanovení.

POZNÁMKA Postup, který je uveden v A.4.3, se má provádět každý měsíc. Alkoholický roztok

hydroxidu draselného se jeví jako docela stabilní, pokud byl vhodně uskladněn; viz 5.1.

A.4.4 Titrace rozpustné kyselosti ve vzorku oleje

Postupuje se následovně:

- upevní se vyčištěná titrační baňka na titrační stojan;
- v případě nových olejů nebo krátkodobě používaných olejů se nalije $20 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ oleje do titrační baňky. V případě dlouhodobě používaných olejů se nalije $5 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ oleje;
- přidá se $50 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ titračního roztoku a titruje se tak, jak je popsáno v A.4.2.

Vypočte se číslo kyselosti vzorku oleje s přesností na 0,000 5 pomocí následující rovnice:

$$\text{Číslo kyselosti} = \frac{(V_1 - V_0) \times M \times 56,1}{m} \quad (\text{A.3})$$

kde

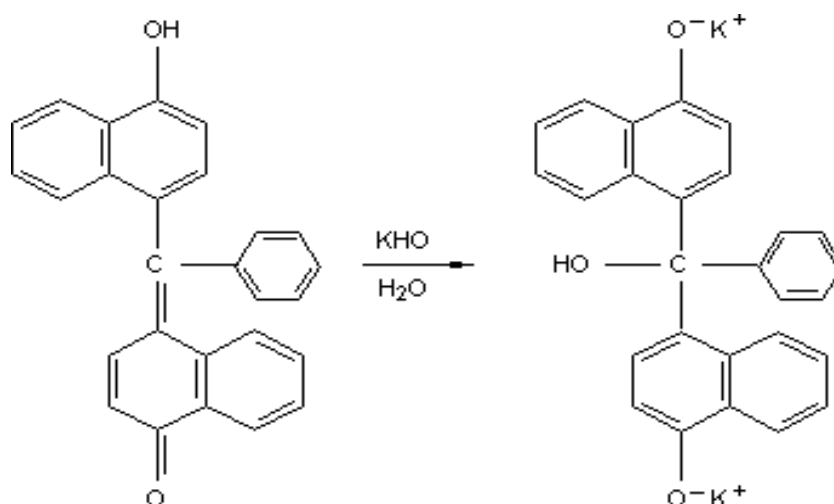
V_1 je objem alkoholického roztoku KOH, který se použil k titraci zkoušeného vzorku, v mililitrech;

V_0 průměrný objem alkoholického roztoku KOH, který byl použit na slepou titraci (titrační rozpouštědlo), v mililitrech;

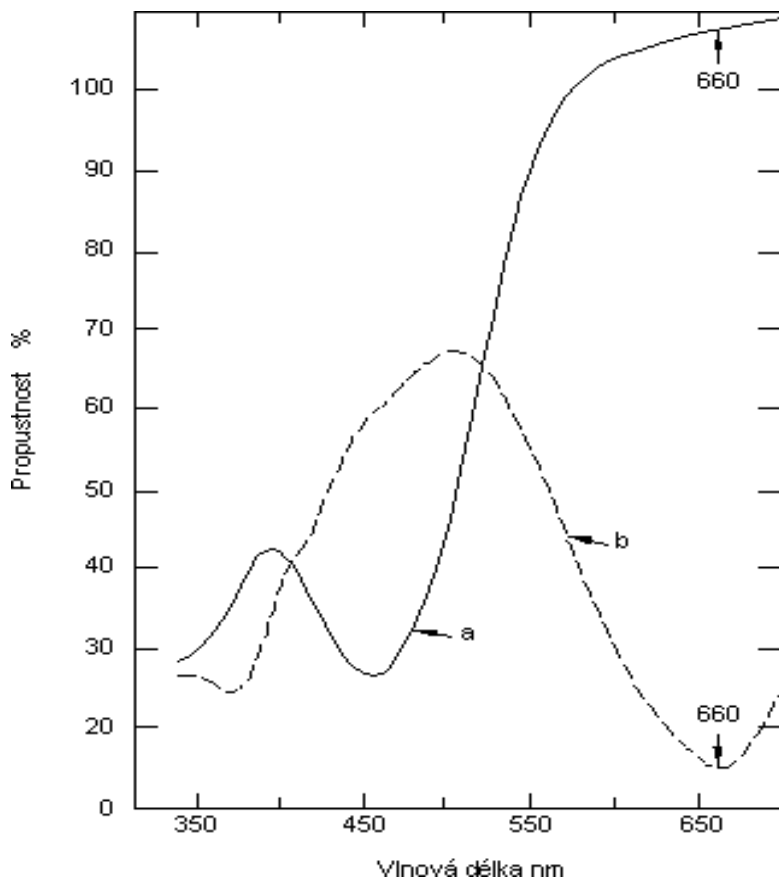
M molarita alkoholického roztoku KOH;

m hmotnost použitého zkoušeného vzorku, v gramech.

POZNÁMKA U moderních zařízení se pro zautomatizování výpočtů mohou data, naměřená v A.4.2, A.4.3 a A.4.4, ukládat do paměti zařízení.



Obrázek A.1 - Molekulová struktura para-naftobenzeinového indikátoru v (I) kyselém prostředí a (II) základním prostředí



Obrázek A.2 - UV spektrum para-naftobenzeinového indikátoru v toluen/propan-2-ol/vodném roztoku v (a) kyselém prostředí a (b) základním prostředí

Příloha ZA (normativní)

Normativní odkazy na mezinárodní publikace a na jim příslušející evropské publikace

Pro používání tohoto dokumentu jsou nezbytné dále uvedené referenční dokumenty. U datovaných odkazů platí pouze citovaná vydání. U nedatovaných odkazů platí poslední vydání referenčního dokumentu (včetně změn).

POZNÁMKA Pokud byla mezinárodní publikace upravena společnou modifikací, vyznačenou pomocí (mod), používá se příslušná EN/HD.

<u>Publikace</u>	<u>Rok</u>	<u>Název</u>	<u>EN/HD</u>
IEC 60475	- ¹⁾	Metoda vzorkování kapalných dielektrik	
IEC 60567	- ¹⁾	Olejem plněná elektrická zařízení - Odběr vzorků plynů a oleje pro analýzu volných a rozpuštěných plynů - Návod	EN
60567	2005 ²⁾		

ISO 5725	soubor	Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření		
-	-			
ISO 6619	- ¹⁾	Ropné výrobky a maziva - Stanovení neutralizačního čísla potenciometrickou titrací	-	-

1) Nedatovaný odkaz.

2) Vydání platné v době vydání této normy.

-- Vynechaný text --