

石油产品碱值测定法 (高氯酸电位滴定法)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用高氯酸电位滴定法测定试样碱值的方法。

本标准规定的方法包括正滴定和返滴定两种类型，每种类型又分为 A 法和 B 法。

注：试验表明对于添加剂，新的和使用过的油，这两种方法测定的结果，从统计学观点讲是一致的。仲裁试验以 A 法为准。

本标准适用于测定石油产品和使用过的油以及添加剂的碱性组分，这些组分包括有机碱、无机碱、胺基化合物、弱酸盐(皂类)、多元酸碱式盐和重金属盐类。

2 引用标准

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语

碱值：在规定的试验条件下，用标准滴定溶液滴定 1g 试样所用的高氯酸量，以 mgKOH/g 为单位表示。

4 方法概要

方法 A 和方法 B 基本操作相同，其差别在于试样量和滴定溶剂量不同。

4.1 正滴定方法：试样溶解于滴定溶剂中，以高氯酸冰乙酸标准滴定溶液为滴定剂，以玻璃电极为指示电极，甘汞电极为参比电极进行电位滴定，用电位滴定曲线的电位突跃判断终点。

4.2 返滴定方法：试样溶解于滴定溶剂中，加入过量的高氯酸冰乙酸标准滴定溶液，反应完成后，用乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液进行滴定，以电位滴定曲线的电位突跃判断终点。

4.3 当试样正滴定曲线电位突跃不明显时，再用返滴定方法。

5 意义

当石油产品加有添加剂时，石油产品就可能含有碱性组分，用酸滴定的方法可以测定这些组分的相对含量。用以衡量添加剂在润滑油使用过程中的降解情况，以确定必要的实际废弃极限。

6 仪器

6.1 电位滴定仪(或酸度计)：自动或手工滴定均可。

6.2 玻璃电极：231 型。

6.3 甘汞电极：232 型或 271 型，或银-氯化银电极。电极内电解液需改用非水溶液作盐桥(见 8.6.2)。

- 6.4 磁力搅拌器：可调速和有良好的接地。
- 6.5 滴定管：10 或 20mL，分度为 0.05mL，校正后刻度允许误差为 $\pm 0.02\text{mL}$ 或具有相同精度的自动滴定管。
- 6.6 烧杯：100, 150mL。方法 A 用 150mL 烧杯，方法 B 用 100mL 烧杯。
- 6.7 滴定台：用于支承滴定管、烧杯、电极对和搅拌器。在滴定台上的排列是以烧杯移动时对电极无干扰为最好。

注：有的仪器对静电干扰很敏感，表现为当操作人员靠近滴定装置时，电位测定仪的指针或记录值显示反常的漂移，此时应采用良好的接地方式。

7 试剂

- 7.1 冰乙酸：分析纯。
- 7.2 乙酸酐：分析纯。
- 7.3 氯苯：分析纯。

注意：冰乙酸、乙酸酐和氯苯有毒和刺激性，应在通风柜中使用。

- 7.4 石油醚：分析纯，60~90℃。
- 7.5 高氯酸：分析纯，浓度为 70%~72%(m/m)。
- 7.6 高氯酸钠：分析纯。

注意：高氯酸和高氯酸钠有毒，有刺激性，是强氧化剂，在干燥或加热时与有机物接触会爆炸。如果溅洒在皮肤上，应立即用水彻底地冲洗。

- 7.7 无水碳酸钠：分析纯。
- 7.8 苯二甲酸氢钾：基准试剂。
- 7.9 蒸馏水：符合 GB/T 6682 中的三级水要求。

8 准备工作

8.1 高氯酸钠电解液的配制

制备高氯酸钠的冰乙酸饱和溶液，要保持高氯酸钠溶液中总有不溶解的过量高氯酸钠存在。

8.2 滴定溶剂

1 体积的冰乙酸加到 2 体积的氯苯中，混合均匀。

注：当石油醚能溶解试样时，可用石油醚代替氯苯，但仲裁试验和标定时，必须用氯苯。

8.3 $c(\text{HClO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ 高氯酸冰乙酸标准溶液的配制与标定

8.3.1 配制：将 8.5mL 高氯酸加到 500mL 冰乙酸和 30mL 乙酸酐的混合物中，混合均匀后，用冰乙酸稀释至 1L。将此溶液静置 24h 后标定。每周标定一次，以检测出 0.0005mol/L 的变化。

注意：见 7.6 条的注意事项。

注：在配制溶液时，应避免加入过量的乙酸酐，以防止溶液中少量的伯、仲胺乙酰化。

8.3.2 标定：取适量的苯二甲酸氢钾，在 120℃ 烘箱中加热 2h 后，冷却至室温，称取 0.1~0.2g 的苯二甲酸氢钾（精确至 0.0002g），置于干燥的 150mL 烧杯中，用温热的 40mL 冰乙酸溶解，再加入 80mL 氯苯，冷却后，用高氯酸冰乙酸溶液（8.3.1）进行电位滴定，操作和终点判断同正滴定方法 A。同时做 40mL 冰乙酸和 80mL 氯苯混合溶剂的空白试验。

8.3.3 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{HClO}_4)$ ，mol/L，按式(1)计算：

$$c(\text{HClO}_4) = \frac{m_1}{0.2042(V_1 - V_0)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——称取苯二甲酸氢钾的质量，g；

V_1 ——滴定时所用高氯酸冰乙酸溶液(8.3.1)的体积，mL；

V_0 ——空白试验所用高氯酸冰乙酸溶液(8.3.1)的体积, mL;

0.2042——与 1.00mL 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液 [$c(\text{HClO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的苯二甲酸氢钾的质量。

注: 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液应在使用前标定。因为有机液体的体积膨胀系数较大, 所以高氯酸冰乙酸标准滴定溶液的使用温度, 应在它的标定温度 $\pm 5^\circ\text{C}$ 之内。若在高于标定温度 5°C 时使用, 则滴定所用的体积要乘以系数 $[1 - (t \times 0.001)]$; 若在低于标定温度 5°C 时使用, 则滴定所用的体积要乘以系数 $[1 + (t \times 0.001)]$ 。其中 t 是标定温度与使用温度的差值。单位是摄氏度($^\circ\text{C}$), 其值取正值。

8.4 $c(\text{CH}_3\text{COONa}) = 0.1\text{mol/L}$ 乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液的配制与标定

8.4.1 配制: 称取 5.3g 无水碳酸钠, 溶解于 300mL 冰乙酸中, 完全溶解后用冰乙酸稀释至 1L。每周标定一次, 以检测出 0.0005mol/L 的变化。

8.4.2 标定: 有以下两种方法。

8.4.2.1 方法 A: 在 120mL 滴定溶剂中加入 8.00mL 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3), 用乙酸钠冰乙酸溶液(8.4.1)滴定, 操作和终点判断同正滴定方法 A。

乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{CH}_3\text{COONa})$, mol/L, 按式(2)计算:

$$c(\text{CH}_3\text{COONa}) = [(8.00 - V_0) \times c(\text{HClO}_4)] / V_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_0 ——空白试验所用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的体积, 同式(1)中 V_0 , mL;

V_2 ——滴定时所用乙酸钠冰乙酸溶液(8.4.1)的体积, mL;

$c(\text{HClO}_4)$ ——高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的实际浓度, mol/L。

8.4.2.2 方法 B: 操作步骤与方法 A 相同, 只是将方法 A 中所用试剂、滴定溶剂的用量均作相应的减半。

乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{CH}_3\text{COONa})$, mol/L, 按式(3)计算:

$$c(\text{CH}_3\text{COONa}) = [(4.00 - V_3) \times c(\text{HClO}_4)] / V_4 \dots\dots\dots (3)$$

式中: V_3 ——空白试验(60mL 滴定溶剂)所用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的体积, mL;

V_4 ——滴定时所用的乙酸钠冰乙酸溶液(8.4.1)的体积, mL;

$c(\text{HClO}_4)$ ——同式(2)。

8.5 试样的准备

由于试样中的沉淀物都可能是酸性或碱性物质, 或者从试样中吸附了酸性或碱性物质, 因此, 保证试样有代表性是很重要的。必要时, 可以加热样品(一般不超过 60°C), 有助于更好的混合。对使用过的油样, 在取样前, 应剧烈地摇动, 以确保试样的均匀性。

8.6 仪器和电极的准备

8.6.1 玻璃电极: 新的玻璃电极至少要在蒸馏水中浸泡 24h 以上方可使用。试验后的电极应该依次用滴定溶剂、蒸馏水洗净, 浸泡在蒸馏水中备用。当玻璃电极连续使用一周后, 若电极的球表面被污染, 则可将电极浸泡在冷的铬酸洗液或其他强氧化性酸的清洗液中, 时间不要超过 5min, 取出后用水洗净, 再浸泡在蒸馏水中备用。

注意: 铬酸洗液是强氧化剂, 吸湿剂和有毒物质。使用时如果洒落在皮肤上, 易引起严重烧伤。

8.6.2 参比电极: 选用甘汞电极或银-氯化银电极均可。市售参比电极的盐桥均为水溶液, 应改为非水溶液盐桥。首先将水溶液排空, 用水冲洗出全部氯化钾晶体, 然后再用高氯酸钠电解液冲洗盐桥套管多次, 最后仔细地套管中加入高氯酸钠电解液, 直至液面达到注入孔处。

当用套管式甘汞电极时, 在干净的外套管中注入高氯酸钠电解液, 并用高氯酸钠电解液润湿连接头的两个磨砂面, 固定好外套管, 用氯苯冲洗电极。

电极在使用时, 电极内电解液的液面应保持高于滴定烧杯中溶液的液面。电极不用时应该用塞子塞好小孔。

8.6.3 电位滴定仪的调整: 自动电位滴定仪或其他类型滴定仪均可, 按说明书调整。当用 ZD-2

型仪器时,需用100mL冰乙酸,将仪器调至冰乙酸的电位域,如650~700mV(相当于5~6个pH单位)。

8.6.4 电极电位的检测

新的电极和久置的电极以及电位滴定装置首次使用时都要进行如下检测:

在100mL冰乙酸中加入0.2g(精确至0.0001g)苯二甲酸氢钾,搅拌溶解后,将电极对插入此溶液中,并读取电位滴定仪的电位值。取出电极,用氯苯洗净。再将电极浸入到加有1.50mL高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的100mL冰乙酸溶液中,读取电位滴定仪的电位值,以上两个读数之差至少为300mV,否则不得使用,电极应重新处理。

9 试验步骤

9.1 正滴定方法 A

9.1.1 试样量 X_1 (g)按式(4)计算:

$$X_1 = 28 / BN_1 \dots\dots\dots (4)$$

式中: BN_1 ——预估的碱值, mgKOH/g。

注:如果预估的碱值不知道,则可以用一个简单的试验迅速粗略地估计。称取0.2~0.3g试样,滴定到570mV作为终点,计算试样碱值,该值作为试样的预估碱值。

9.1.2 按表1规定,在烧杯中称取试样。

表 1

g

试样量	称量精度
> 10 ~ 20	0.05
> 5 ~ 10	0.02
> 1 ~ 5	0.005
> 0.25 ~ 1.0	0.001
0.1 ~ 0.25	0.0005

9.1.3 在称有试样的烧杯中加入120mL滴定溶剂,将烧杯放在滴定台上,搅拌直至试样全部溶解。

注:当有些试样难溶时,可先在烧杯中加入80mL氯苯溶解试样,然后,再加入40mL冰乙酸。有些使用过的油样含有不溶固体物质,这是正常现象。

9.1.4 将已准备好的玻璃-甘汞电极对插入试样溶液中,其浸入位置尽可能的低,至少应浸入试样溶液10mm以下。开始搅拌,搅拌速度要控制在没有溶液飞溅和产生气泡的情况下尽可能的大。

9.1.5 滴定

9.1.5.1 手工滴定:用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)滴定,滴定管尖端应浸入烧杯内溶液的液面以下。滴定之前和滴定过程中,应间断的记录滴定剂体积和电位滴定仪的读数。滴定速度一般控制在0.1mL/min,滴定过程中可根据溶液的电位值变化大小改变滴定速度。当加入0.1mL/min滴定剂,溶液电位值变化大于30mV或相当于0.5个pH时,滴定曲线可能出现拐点。这时,可以减小滴定速度为0.05mL/min。

滴定到最后阶段,当加入0.1mL滴定剂,试样溶液电位变化小于5mV或相当于0.1个pH时,可结束滴定。

9.1.5.2 自动滴定:按所用仪器的说明书调整仪器,调整滴定速度,最大滴定速度为1.0mL/min,滴定结束后,自动记录滴定曲线和计算出结果。

9.1.6 滴定完毕移开烧杯,用滴定溶剂(8.2)冲洗电极和滴定管尖端,接着用蒸馏水洗,再用滴定溶剂洗,试验结束后,电极不再使用时,应浸泡在蒸馏水中。

注:用滴定溶剂洗去电极上的油状物质,用蒸馏水洗去甘汞电极套管周围的高氯酸钠,同时可以恢复玻璃电极的水溶胶层。

9.1.7 每一批试验都要做 120mL 滴定溶剂的空白试验。手工滴定时，空白试验的滴定剂增量为每份 0.05mL。每加一份滴定剂待溶液电位稳定后，读取滴定管读数 and 电位滴定仪的电位值。自动滴定要按 9.1.5.2 所述进行。

9.1.8 手工滴定时，按记录的滴定剂体积和相应的电位滴定仪的电位值，绘制电位滴定曲线，由滴定曲线的拐点确定终点。记录终点的滴定体积，一个实用的方法是按 0.1mL 滴定剂至少使试样溶液的电位值变化 50mV 的标准确定终点。

9.2 正滴定方法 B

9.2.1 试样量 X_2 (g) 按式(5)计算：

$$X_2 = 10 / BN_2 \dots\dots\dots (5)$$

式中： BN_2 ——预估的碱值，mgKOH/g。

注：如果预估的碱值不知道，可以做简单试验，即称取 0.1~0.15g 试样，滴定到 570mV 作为终点，这样便可迅速地估算试样的碱值。

9.2.2 按表 2 规定，在烧杯中称取试样。

表 2

g

试样量	称量精度
> 5 ~ 10	0.02
> 1 ~ 5	0.005
> 0.25 ~ 1.0	0.001
0.1 ~ 0.25	0.0005

注：对于方法 B，测定高碱值样品时，试样量要小，因此准确地称量是很重要的。

9.2.3 在称有试样的烧杯中，加入 60mL 滴定溶剂，将烧杯放在滴定台上，搅拌溶液直至试样全部溶解。

注：当有些试样难溶时，可先在烧杯中加入 40mL 氯苯溶解，再加入 20mL 冰乙酸。

9.2.4 同 9.1.4。

9.2.5 同 9.1.5。

9.2.6 同 9.1.6。

9.2.7 每一批试验都要做 60mL 滴定溶剂的空白试验。其操作同 9.1.7。

9.2.8 同 9.1.8。

9.3 计算

方法 A 和方法 B，碱值测定结果计算方法相同。

9.3.1 试样的碱值 BN_3 (mgKOH/g) 按式(6)计算：

$$BN_3 = \frac{(V_5 - V_0) \times c(\text{HClO}_4) \times 0.0561 \times 1000}{m_2} \dots\dots\dots (6)$$

式中： V_5 ——滴定试样时，所用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的体积，mL；

V_0 ——用方法 A 时，同式(1)中 V_0 。用方法 B 时，同式(3)中 V_3 ，mL；

$c(\text{HClO}_4)$ ——高氯酸冰乙酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

0.0561——与 1.00mL 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液 [$c(\text{HClO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氢氧化钾的质量；

m_2 ——试样的质量，g。

9.4 返滴定方法 A

在按 9.1 条正滴定方法 A 进行滴定时，对某些试样(特别是使用过的油样)滴定无拐点或拐点不明显时，可采用本方法。

9.4.1 试样量应小于 9.1 条表 1 中的规定量，通常最大试样量为 5g。如果试样量为 5g，滴定无拐点

时, 还应减少试样量, 再进行试验。

9.4.2 同 9.1.3。

9.4.3 用移液管或滴定管准确地向烧杯加入 8.00mL 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)。

注: 一定要保证加入的高氯酸冰乙酸标准滴定溶液为过量的。

9.4.4 同 9.1.4。

9.4.5 搅拌烧杯中的溶液 2min。

9.4.6 用乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液(8.4)滴定过量的高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)。滴定步骤同 9.1.5。

9.4.7 另一种方法是如果按 9.1.5 正滴定的试样, 在试样量没超过 5g, 滴定又得不到满意拐点时, 则可将 9.1.5 已经滴定过的试样直接进行返滴定(即可不必重新称取试样), 但必须准确地记录所用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的体积, 再按 9.4.6 进行返滴定。值得注意的是标定乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液(8.4)时, 所用的 8.00mL 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液的体积, 也应作相应的修正, 应与试验所用的体积一致。

9.5 返滴定方法 B

在按 9.2 条正滴定方法 B 进行滴定时, 对某些试样(特别是使用过的油样)滴定无拐点或拐点不明显时, 可采用本方法。

9.5.1 按 9.2 条表 2 规定准确地称取试样, 最大试样量应不超过 2.5g。如果试样量为 2.5g, 滴定无拐点时, 还应减少试样量, 再进行试验。

9.5.2 先用 40mL 氯苯溶解试样, 然后再加入 20mL 冰乙酸。

9.5.3 用移液管或滴定管向烧杯中准确地加入 4.00mL 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3), 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液必须过量, 必要时, 还可以加大用量。

9.5.4 同 9.1.4。

9.5.5 搅拌烧杯中的溶液 2min。

9.5.6 同 9.4.6。

9.5.7 另一种方法是如果按 9.2.5 正滴定的试样, 在试样量没超过 2.5g, 滴定又得不到满意拐点时, 则可将 9.2.5 已经滴定过的试样进行返滴定(即可不必重新称取试样), 但必须准确地记录所用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的体积, 再按 9.4.6 进行返滴定。但标定乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液(8.4)时, 所用的 4.00mL 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)的体积也应作相应的修正, 应与试验所用的体积一致。

9.6 计算

方法 A 和方法 B 碱值测定结果计算相同。

9.6.1 试样的碱值 BN_4 (mgKOH/g)按式(7)计算:

$$BN_4 = \frac{(V_2 - V_6) \times c(\text{CH}_3\text{COONa}) \times 0.0561 \times 1000}{m_3} \dots\dots\dots (7)$$

式中: V_2 ——用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(8.3)标定时所用乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液(8.4)的体积[用方法 A 时同式(2)中的 V_2 或用方法 B 时同式(3)中的 V_4], mL;

V_6 ——滴定试样时所用乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液(8.4)的体积, mL;

$c(\text{CH}_3\text{COONa})$ ——乙酸钠冰乙酸标准滴定溶液(8.4)的实际浓度, mol/L;

m_3 ——试样的质量, g;

0.0561 ——同式(6)。

10 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

10.1 方法 A

10.1.1 重复性：同一操作者重复测定的两个结果之差应不大于下列数值。

10.1.2 再现性：不同实验室各自提出的两个测定结果之差应不大于下列数值。

试 样	重复性	再现性
	平均值的百分数	平均值的百分数
采用正滴定的试样	3	7
采用返滴定的使用过的试样	24	32

10.2 方法 B

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%的置信水平)。

10.2.1 重复性：同一操作者重复测定的两个结果之差应不大于下列数值。

10.2.2 再现性：不同实验室各自提出的两个测定结果之差应不大于下列数值。

试 样	重复性	再现性
	平均值的百分数	平均值的百分数
采用正滴定的试样	5	7

注：本精密度的用新油的碱值为 6~70；添加剂的碱值为 5~300，使用过的油的碱值为 5~27 的试样进行统计试验得到的。

11 报告

11.1 取两次测定结果的算术平均值作为试样碱值。碱值取三位有效数字。

11.2 报告格式：碱值(SH/T 0251——方法 A 或方法 B，正滴定或返滴定)的测定结果。

附 录 A
石油产品碱值测定法
(指示剂法)
(参考件)

A1 主题内容与适用范围

本方法规定了以高氯酸冰乙酸标准滴定溶液为滴定剂，用颜色指示剂法测定试样碱值的方法。本方法适用于石油产品和添加剂，不适用于深色石油产品及使用过的石油产品。

A2 术语

碱值：同本标准第 3 章。

A3 方法概要

试样溶解在滴定溶剂中，用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液滴定，以对 - 萘酚苯甲醇为指示剂，滴定终点为试样溶液颜色由橙黄色变为绿色。

A4 仪器

- A4.1 锥形瓶：250mL。
A4.2 量筒：50mL。
A4.3 微量滴定管：5mL，分度为 0.02mL。
A4.4 滴定管：25mL。

A5 试剂

- A5.1 甲苯：分析纯。
A5.2 对 - 萘酚苯甲醇指示剂。
A5.3 结晶紫指示剂。

A6 准备工作

- A6.1 滴定溶剂：石油醚(或甲苯)与冰乙酸按 2:1(V/V)混合均匀。
A6.2 2g/L 结晶紫冰乙酸指示液：称取 0.20g 结晶紫溶解在 100mL 冰乙酸中。
A6.3 5g/L 对 - 萘酚苯甲醇冰乙酸指示液：称取 0.5g 对 - 萘酚苯甲醇溶解在 100mL 冰乙酸中。
A6.4 $c(\text{HClO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液的配制与标定。
A6.4.1 配制：同本标准 8.3.1。
A6.4.2 标定：

取适量的苯二甲酸氢钾在 120℃ 烘箱中加热 2h 后。冷却至室温，称取 0.1~0.2g 苯二甲酸氢钾(精确至 0.0002g)，置于干燥的 250mL 锥形瓶中，加入温热的 50mL 冰乙酸溶解，再加入 4~5 滴结晶紫冰乙酸指示液(A6.2)，用高氯酸冰乙酸溶液(8.3)滴定，滴定至溶液由紫色变蓝色。

A6.4.3 高氯酸冰乙酸标准滴定溶液的实际浓度 $c(\text{HClO}_4)$ ，mol/L，按本标准 8.3.3 计算。

A7 试验步骤

A7.1 充分摇匀样品，粘稠样品应加热至 40~50℃，称取试样 $X_3(\text{g})$ 按式(A1)计算：

$$X_3 = 28 / BN_5 \dots\dots\dots (A1)$$

式中： BN_5 ——预估的碱值，mgKOH/g。

A7.2 按表 A1 规定，在锥形瓶中称取试样，最大试样量应不大于 20g。

表 A1

g

试样量	称量精度	试样量	称量精度
> 10 ~ 20	0.05	> 0.25 ~ 1	0.001
> 5 ~ 10	0.02	0.1 ~ 0.25	0.0005
> 1 ~ 5	0.005		

A7.3 在称有试样的锥形瓶中加入 40mL 石油醚溶解试样，待试样完全溶解后，再加入 20mL 冰乙酸和 4~5 滴对-萘酚苯甲醇冰乙酸指示液(A6.3)，在不断地摇动下，用高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(A6.4)进行滴定，终点为溶液的黄色消失，绿色刚刚出现。记录滴定所用的高氯酸冰乙酸标准滴定溶液(A6.4)的体积。

注：添加剂试样和难溶试样可以改用氯苯或甲苯代替石油醚。

A7.4 空白试验：锥形瓶中不称取试样，其他同 A7.3。

A8 计算

试样的碱值 BN_6 (mgKOH/g)按本标准 9.3.1 的式(6)计算。式中 V_0 为 A7.4 测定值。

A9 精密度

用下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

A9.1 重复性：同一操作者，重复测定的两个结果之差应不大于下列数值。

碱值, mgKOH/g	重复性 平均值的百分数
< 60	5
≥ 60	3

A9.2 再现性：不同实验室各自提出的两个测定结果之差应不大于下列数值。

碱值, mgKOH/g	再现性 平均值的百分数
< 60	11
≥ 60	7

A10 报告

A10.1 取两次测定结果的算术平均值作为试样的碱值。碱值取三位有效数字。

A10.2 报告格式：碱值(SH/T 0251—指示剂法)的测定结果。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由兰州炼油化工总厂负责起草。

本标准主要起草人郭蕴华、周亚斌。

本标准参照采用美国试验与材料协会标准 ASTM D2896 - 88《石油产品碱值测定法(高氯酸电位滴定法)》。

本标准首次发布于 1978 年。