

**Účel:**

Sjednocení metody stanovení hodnoty ipH v jednotlivých analytických laboratořích za účelem zajištění porovnatelnosti navzájem i vzhledem k naší hraniční hodnotě.

Metoda:

GE Jenbacher

Referenz:

ASTM D 664, 7.15 - TITRAČNÍ ROZTOKY

Vybavení:

- základní titrační pufr A **
- titrační rozpouštědlo
- skleněné pH elektrody firmy METROHM AG v HERISAU

Návod:

Titrační rozpouštědlo: Toluol, voda a izopropylalkohol podle ASTM D 664

Základní titrační roztok A **:

Do 1- litrového válce naplněného 100 ml izopropanolu odvážit 24,2 +/-0,1 g 2,4,6 TRIMETILPYRIDINU.

Přidat 750 +/-5 ml 0,2 N alkoholické kyseliny solné a doplnit do 1000 ml izopropanolem.

Roztok je možno uchovávat při pokojové teplotě 2 týdny a při asi 8°C (chladnička) asi 4 týdny.

Postup:

Vzorek použitého oleje se zahřeje v originální nádobě na 60 +/-50°C a důkladně protřepe, takže všechny usazeniny se v oleji homogenně rozpustí.

5 g vzorků použitého oleje se rozpustí ve 125 ml (výše popsaného) titračního roztoku.

Elektrody se ponoří ve smyslu příslušných pokynů k obsluze do bezvodého titračního roztoku (=10 ml základního pufrčního roztoku A** a 100 ml titračního rozpouštědla), nechají se popř. ponořené 5 minut za současně ho míchání v pufrčním roztoku a milivoltmetr se nastaví na pH=4.

Poté se elektrody zanoří do titračního roztoku (viz výše: t.j. 5g použitého oleje plus 125 ml titračního rozpouštědla) a po 5 minutovém míchání se odečte počáteční hodnota pH.

**Metoda:****Mobilní****Postup:**

Před měřením hodnoty pH musí být pH-metr okalibrován.

Za tímto účelem jsou po sobě měřeny vodné pufrací roztoky s hodnotou pH 4,0 a 7,0. Kalibrací se dvěma referenčními body může být současně určena strmost měřícího řetězce. Pokud by toto stanovení vedlo k hodnotě pod 95%, musí být bezpodmínečně zkontrolován zdroj chyb v měřícím uspořádání!

K určení hodnoty pH vzorku použitého oleje se nejdříve smísí 3,6 g vzorku s 90 ml rozpouštědla. K přípravě jednoho litru rozpouštědla se homogenně smíchá 500 ml toluenu, 495 ml isopropanolu a 5 ml demineralizované vody. Tato směs odpovídá rozpouštědлу předepsanému v ASTM D664 (Standard Test Method for Acid Number Determination). V každém případě je nutno dodržet stupně čistoty používaných chemikálií popsané v této normě.

Když se navážený vzorek oleje smísí homogenně s rozpouštědlem, je možno bez dalšího míchání měřit hodnotu pH. Po měření je třeba elektrodu očistit čistým rozpouštědlem ipH. Zbytky oleje přitom musí být kompletně odstraněny.

Během přestávek v měření by měly být elektrody skladovány v lehce okyselené (pH 3-4) demineralizované vodě. Podle našich zkušeností je nedostatečné čištění měřících elektrod nejčastější příčinou chybných měření.