

中华人民共和国石油化学工业部

部 标 准

石油和石油产品试验方法

第二册

北京

1981



# 出版说明

为了更好的为生产和使用部门服务，在生产、使用和科研单位的共同努力下，编辑了《石油和石油产品试验方法》。

本书是在《石油产品试验方法》(1972年版)的基础上，收集了无产阶级文化大革命以来增订的部标准、修订的部分国家标准和部标准，并删去了已废除的部标准。编辑时对个别标准中的明显错误之处作了更正，并尽可能的统一了标准的术语、符号、格式和叙述程序。

为了方便使用，本书共分三册：

- (1) 《石油和石油产品试验方法》国家标准；
- (2) 《石油和石油产品试验方法》部标准第一册，内容是发动机燃料和润滑油试验方法；
- (3) 《石油和石油产品试验方法》部标准第二册，内容是润滑脂、沥青和石蜡等试验方法以及石油产品试验仪器技术条件和附录。

由于水平和时间所限，不妥之处在所难免，请批评指正。

1978年10月

中国科学院石油研究所编

中国科学院编

# 目 录

SY 2701—77	润滑脂针入度测定法(低温法)(代替 SYB 2701—62)…	(1)
SY 2703—66	润滑脂灰分测定法(代替 SYB 2703—59)……………	(5)
SYB 2705—54	润滑脂腐蚀试验法(常温法)……………	(7)
SY 2706—77	润滑脂皂分测定法(代替 SYB 2706—59)……………	(9)
SY 2707—66	润滑脂游离碱和游离有机酸测定法 (代替 SYB 2707—62)……………	(11)
SYB 2709—62	润滑脂机械杂质测定法(抽出法) (代替 SYB 2709—59)……………	(14)
SY 2710—66	润滑脂腐蚀试验法(代替 SYB 2710—56) ……	(17)
SYB 2711—56	防锈润滑脂、凡士林及提纯地蜡反应测定法	(19)
SYB 2712—59	润滑脂防护性能测定法(代替 SYB 2712—56) ……	(22)
SYB 2713—59	润滑脂保持能力测定法(代替 SYB 2713—56) ……	(25)
SY 2714—77	润滑脂水分定性试验法(代替 SYB 2714—56) ……	(28)
SY 2715—77	润滑脂氧化安定性测定法(代替 SYB 2715—60S) ……	(30)
SY 2716—77S	润滑脂漏斗分油测定法(代替 SYB 2716—60S) ……	(36)
SY 2718—77	润滑脂抗水淋性能测定法(代替 SY 2718—65S) ……	(38)
SY 2719—77	润滑脂有害粒子鉴定法(代替 SY 2719—65S) ……	(41)
SY 2720—76	润滑脂相似粘度测定法(代替 SY 2720—65S) ……	(44)
SY 2721—77	润滑脂机械杂质含量测定法(显微镜法) (代替 SY 2721—65S)……………	(56)
SY 2722—77	润滑脂强度极限测定法(代替 SY 2722—65S)……………	(59)
SY 2723—77	润滑脂蒸发表定法(代替 SY 2723—65S)……………	(63)
SY 2724—76	润滑脂微针入度测定法……………	(67)
SY 2725—76S	润滑脂滚筒安定性试验法……………	(71)
SY 2726—76S	润滑脂剪切安定性试验法……………	(73)
SY 2727—76S	润滑脂加压锥网分油测定法……………	(75)
SY 2751—74S	防锈油脂防锈试验试片锈蚀评定方法……………	(78)
SY 2752—77S	防锈油脂腐蚀性试验方法(代替 SY 2752—74S)……………	(80)

SY 2753—77S 置换型防锈油人汗防止性能试验方法 (代替 SY 2753—74S) .....	(82)
SY 2754—77S 置换型防锈油人汗置换性能试验方法 (代替 SY 2754—74S) .....	(84)
SY 2755—76S 防锈油脂防锈试验试片制备方法 .....	(86)
SY 2756—76S 防锈油脂湿热试验方法 .....	(91)
SY 2757—76S 防锈油脂盐雾试验方法 .....	(93)
SY 2758—76S 置换型防锈油人汗洗净性能试验方法 .....	(96)
SY 2801—77 石油沥青针入度测定法(代替 SY 2801—66) .....	(99)
SY 2804—66 石油沥青延度测定法(代替 SYB 2801—62) .....	(103)
SY 2805—66 石油沥青溶解度测定法(代替 SYB 2801—62) .....	(106)
SY 2806—66 石油沥青软化点测定法(环球法) (代替 SYB 2801—62) .....	(108)
SY 2807—66 石油沥青灰分测定法(代替 SYB 2801—62) .....	(110)
SY 2808—66 石油沥青蒸发损失测定法(代替 SYB 2801—62) .....	(112)
SY 2811—77S 绝缘胶检验法(代替 SY 2811—65S) .....	(114)
SY 2812—76S 电机绝缘胶流动性测定法(倾斜法) .....	(125)
SY 2821—77 粗酚检验法(代替 SYB 2821—60S) .....	(128)
SY 2851—77 石蜡熔点测定法(代替 SYB 2851—60) .....	(133)
SY 2852—77 含蜡量及含油量测定法(压滤法)(代替 SY 2852—65S) .....	(135)
SY 2853—75S 石蜡色度测定法 .....	(139)
SY 2854—75S 石蜡光安定性测定法 .....	(141)
SY 2855—75S 石蜡含油量测定法(体积法) .....	(144)
SY 2857—75S 液体石蜡中芳香烃含量测定法(比色法) .....	(148)
SY 2858—75S 液体石蜡及其原料油中正构烷烃含量测定法(色谱法) .....	(154)
SY 2859—75S 液体石蜡中微量碱性氮含量测定法 .....	(157)
SY 2860—76S 石蜡稠环芳烃测定法 .....	(159)
SY 2861—76S 石蜡易碳化物试验法 .....	(174)
SY 2862—76S 石蜡针入度测定法 .....	(180)
SY 2863—77S 石蜡机械杂质测定法 .....	(184)
SY 2871—77 石油焦检验法(代替 SY 2871—76) .....	(188)
SY 2911—77 石油酸检验法(代替 SYB 2911—59) .....	(197)
SYB 2912—59 环烷酸皂检验法 .....	(200)
SY 2913—77 醇型汽车制动液检验法(代替 SY 2913—76) .....	(206)

SY 3102—66	汽油诱导期测定器技术条件(代替 SYB 3102—56) ...	(210)
SY 3205—66	闭口闪点测定器技术条件(代替 SYB 3205—56) .....	(214)
SY 3301—74	石油密度计技术条件 .....	(220)
SY 3607—76S	玻璃毛细管粘度计技术条件 .....	(224)
SY 3609—66	开口闪点测定器技术条件(代替 SYB 3609—54) .....	(231)
SY 3804—66	沥青软化点测定器技术条件(代替 SYB 3804—54) ...	(235)
	附录一 仪器检查及验收要点 .....	(239)
SYB 3103—56	实际胶质测定器 .....	(239)
SYB 3104—56	汽油饱和蒸气压测定器 .....	(239)
SYB 3110—59	水分定量测定器 .....	(239)
SYB 3204—56	柴油煤油浊点测定器 .....	(239)
SYB 3608—56	恩氏粘度计 .....	(240)
SYB 3611—56	残炭测定器 .....	(240)
SYB 3801—54	针入度测定器 .....	(240)
SYB 3802—54	沥青延度测定器 .....	(241)
SYB 3851—54	石蜡熔点测定器 .....	(241)
	附录二 石油产品蒸馏脱水法 .....	(242)
	附录三 石油产品试验用计量器具统一检定方法 .....	(244)

## 部 标 准

SY 2701—77

代替 SYB 2701—62

## 润滑脂针入度测定法

## (低温法)

本方法适用于低至 $-60^{\circ}\text{C}$ 的润滑脂针入度的测定。

## 一、仪器与材料

## 1. 仪器与材料

(1) 测定低温润滑脂针入度时使用GB 269—77 规定的仪器，但仪器零件须有下列变更：

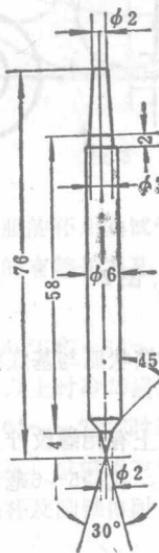


图 1

a. 撞杆是由铝或铝合金制的外表磨光的彼此紧密连接的杆及圆锥体(图1)组成，圆锥体必须用铝合金制成。

杆的上部为一借螺纹拧好盖的中空圆筒，盖的中间有一悬挂重物的小钩。  
杆的重量为12克，圆锥体的重量为4克，二者的总重量为 $16 \pm 0.02$ 克。  
b. 装润滑脂的杯，是由带螺丝的黄铜套管所连接的两个同样的中空半圆筒状黄铜部分组成（图2）。

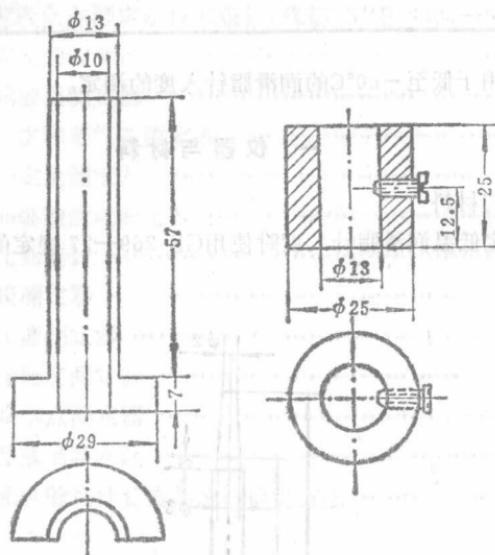


图 2

c. 润滑脂捣脂器是由可移动的筒状皿与基底组成，该基底在搅拌润滑脂时固定在座架上。

皿内径45毫米，外径50毫米，皿上有用螺纹拧上的通过两个拉杆的盖，拉杆在皿内的部分固定有带20个孔的圆板，孔径5~6毫米。皿外的部分安上一个手柄。

#### （2）冷却用玻璃试管：

a. 直径约40毫米，长约90毫米，带有折边的试管，此试管指定用作冷却盛有润滑脂的杯。

b. 直径约为25毫米，长约100毫米，带有折边的试管，此试管指定用作冷却圆锥体。

#### （3）冷却混合容器（用玻璃的或金属的）：圆筒状，直径约180毫米，高度

不小于130毫米，带有木盖（图3）。

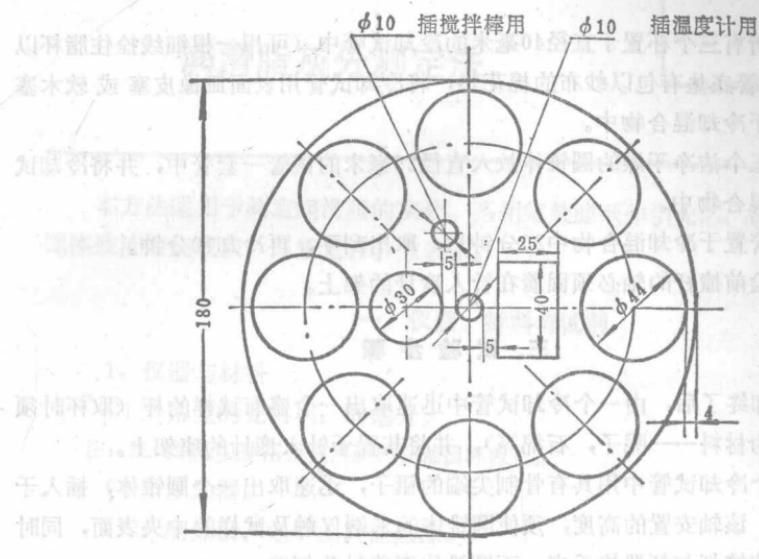


图 3

盖上有安放用作冷却润滑脂的杯用的试管孔8个，安放用作冷却圆锥体的试管孔一个，此外有加冷却物用的有盖长方孔1个及插温度计及搅拌棒用孔各1个。

(4) 温度计： $-30 \sim +60^{\circ}\text{C}$  和  $-80 \sim +60^{\circ}\text{C}$ ，分度为 $1^{\circ}\text{C}$ 。

(5) 冰及水： $0^{\circ}\text{C}$  及  $0^{\circ}\text{C}$ 以上时冷却盛润滑脂的杯及圆锥体时使用。

(6) 碎冰或雪及食盐： $0^{\circ}\text{C} \sim -20^{\circ}\text{C}$  时冷却盛润滑脂的杯及圆锥体时使用。

(7) 固体二氧化碳(干冰)或液体空气及工业乙醇或橡胶用溶剂汽油： $-20^{\circ}\text{C}$ 以下时冷却盛润滑脂的杯及圆锥体时应使用。

## 二、准备工作

2. 将试样装满捣脂器，不许有空隙。并将盖拧上，然后将捣脂器杯固定在座架上，并用柄将试样起落搅拌60次。

3. 将捣脂器的皿的盖拧下并从其中取试样约4克移放于两个半杯中，再用刮刀将试样密实的抹入，不许有空隙，此后将两个半杯用套管连接，并用刮刀由

杯的侧面及下面将多余的试样刮掉，用同样方法再装满两个杯，并使试样高出4~5毫米。

然后将所有三个杯置于直径40毫米的冷却试管中（可用一根细线拴住脂杯以便于取出）；管底垫有包以纱布的棉花垫，将冷却试管用表面皿橡皮塞或软木塞盖上，并置于冷却混合物中。

同时将三个洁净干燥的圆锥体放入直径25毫米的试管一套管中，并将冷却试管置于冷却混合物中。

冷却试管置于冷却混合物中20分钟后，取出刮平，再冷却10分钟。

#### 4. 试验前撞杆的轴必须固着在针入度计的架上。

### 三、试验步骤

5. 冷却终了后，由一个冷却试管中迅速取出一个盛有试样的杯（取杯时须垫以不传热的材料——呢子，石棉等），并将其置于针入度计的座架上。

自另一个冷却试管中用具有骨制尖端的镊子，迅速取出一个圆锥体，插入于撞杆的轴中，该轴安置的高度，须使圆锥体的末端仅触及试样的中央表面，同时必须注意，使撞杆与杯严格垂直，而圆锥体不能触及杯壁。

然后将齿杆的下端面放到使其与撞杆盖接触的位置，再用手将指针放在零的位置上。

6. 开动秒表并同时按动针入度的机钮，使圆锥体向试样中自由落入5秒钟，然后停按机钮，使圆锥体的下落停止。

7. 确定针入度时，将齿杆的下端面放置于与撞杆的盖接触，此时字盘上的指针借齿杆而移动。指针即指示圆锥体于5秒钟内落入试样的深度，以 $1/10$ 毫米为单位的读数即为针入度。

8. 测定进行三次，每一次以每一杯中的试样进行，同时应使用刚由冷却试管中取出的洁净圆锥体。

### 四、精确度

9. 平行测定三个结果间的差数，不应超过算术平均值的10%。

10. 取平行测定三个结果的算术平均值，作为试样的针入度。

## 部 标 准

SY 2703—66

代替 SYB 2703—59

## 润滑脂灰分测定法

本方法适用于测定润滑脂的灰分。系用定量滤纸作引火芯，燃烧试样，并将固体残渣煅烧成灰，以重量百分数表示。

## 一、仪器、材料与试剂

## 1. 仪器与材料

(1) 带盖的瓷坩埚：30毫升。

注：瓷坩埚可以使用至其里面的瓷釉损坏为止。

(2) 干燥器。

(3) 电热板、电炉或其他热源。

(4) 坩埚钳。

(5) 烧杯：500毫升。

(6) 定量滤纸：直径9厘米。

(7) 高温电炉或坩埚炉：能在 $600 \pm 20^{\circ}\text{C}$ 及 $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$ 恒温。

## 2. 试剂

(1) 盐酸：化学纯，将盐酸与蒸馏水按体积比1:4配成稀盐酸。

(2) 硝酸铵：分析纯（应无灰分），配成10%的水溶液。

## 二、准备工作

3. 用刮刀将试样的表层刮掉，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。

4. 将瓷坩埚放入装有稀盐酸（1:4）的烧杯内，加热煮沸几分钟，取出，用水及蒸馏水洗净，烘干后放入已加热到 $800 \pm 20^{\circ}\text{C}$ 的高温电炉或坩埚炉中，煅烧至少10分钟，取出放在空气中冷却3分钟，再移入干燥器中，冷却30~40分钟后进行称量，称准至0.0002克。重复进行煅烧、冷却及称量，直至连续称量间的

差数不大于0.0004克为止。

### 三、试验步骤

5. 按灰分量的大小，在已恒重的坩埚内称取试样2~5克，称准至0.01克。然后取一张定量滤纸，迭成两折，卷成圆锥体，用剪刀把距尖端5~10毫米的部分剪去，放入坩埚内，使圆锥体的滤纸将试样表面盖住。放到电炉或电热板上加热，待滤纸浸透试样后点火燃烧。燃烧时火焰的高度不应超过坩埚上边缘10厘米。

6. 试样燃烧终了，火焰熄灭后将盛有炭化残渣的坩埚小心地移入600±20°C的高温电炉中，在此温度下至少保持1.5小时，至残渣完全成灰为止。

如果炭化残渣难烧成灰时，则在坩埚冷却后滴入几滴硝酸铵溶液，使残渣湿润，然后慢慢蒸发干，并继续煅烧。

7. 残渣成灰后，取出放在空气中冷却3分钟，再移入干燥器中，冷却30~40分钟后进行称量，称准至0.0002克。再放入高温炉或坩埚炉内煅烧15分钟。重复进行煅烧、冷却及称量，直至连续称量间的差数不大于0.0004克为止。

### 四、计算

8. 试样的灰分X(%)按下式计算：

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中：  $G_1$ ——灰烬的重量，克；

$G_2$ ——滤纸灰分重量，克；

$G$ ——试样的重量，克。

### 五、精确度

9. 平行测定两个结果间的差数，不应超过下列数值：

灰 分，%	允许差数，%
-------	--------

0.1以下	0.02
-------	------

0.1~1.0	0.05
---------	------

1.1~2.5	0.10
---------	------

2.5以上	0.15
-------	------

10. 取平行测定两个结果的算术平均值，作为测定的结果。

## 部 标 准

SYB 2705—54

## 润滑脂腐蚀试验法

## (常温法)

本方法系确定金属片由于润滑脂的作用而发生颜色变化，以确定润滑脂对金属的腐蚀性。

## 一、仪器、材料与试剂

## 1. 仪器与材料

- (1) 瓷蒸发皿。
- (2) 玻璃皿：高度不低于40毫米。
- (3) 放大镜：6~8倍。
- (4) 瓷刮刀。
- (5) 金属片： $20 \times 20 \times 3$ 毫米。

注：经定货人及承订人同意，许可使用其他尺寸的金属片。

- (6) 脱脂棉。
- (7) 砂纸或砂布：粒度为180号或220号。

## 2. 试剂

- (1) 中性汽油。
- (2) 95%乙醇：分析纯。
- (3) 苯：分析纯。

## 二、试验步骤

3. 将金属片磨光用中性汽油在瓷皿中洗涤，然后先用95%乙醇浸湿的脱脂棉擦拭，再用干棉花擦干，勿与手接触。

4. 洗过擦干的金属片在放大镜下观察时，不许有锈或污点的痕迹。

5. 用玻璃皿装满试样，将金属片全部挤入试样中，金属片上方的试样，用刮刀刮平，然后将玻璃皿封盖在室温( $15\sim20^{\circ}\text{C}$ )下静置。静置时间按各种润滑

## 重 铅 铜

脂产品标准规定。

6. 经过规定时间后，自玻璃皿中取出金属片，移入盛有乙醇-苯混合液（体积比1:4）的瓷皿中，用棉花小心除去上面的试样，再用热乙醇-苯混合液将金属片洗涤数次，以彻底除去试样。

钢片须立即用干脱脂棉擦拭，并仔细观察。

黄铜片或铜片须首先观察，是否有绿色存在，然后用干脱脂棉轻轻擦拭，再仔细观察。

### 三、判 断

7. 用肉眼观察，在金属片上没有斑点和明显的不均匀的颜色变化，即认为试样合格。在试验铜片及铜合金片时，允许金属片有轻微的均匀变色。

8. 如仅有块金属片上有腐蚀痕迹，则应重新试验，第二次试验时即使在一块金属片上再度出现上述的腐蚀情况，即认为试样不合格。

9. 试验结果按下式计算：

$$\text{含铅量} = \frac{\text{含铅量} \times 100}{\text{含铅量} + \text{含铜量}} \times 100\% \quad (\text{式 } 2)$$

式中：A——含铅量；B——含铜量。

C——纯度的百分数；D——纯度的百分数。

E——脱脂棉的重量；F——洗涤液的重量。

### 五、常 规

#### 重 铅 铜

1. 平行测定两个结果的允许差，不超过下列表值：

当含铅量为0.01%以下时，含铅量的允许差为±0.005%，当含铅量为0.01%以上时，含铅量的允许差为±0.01%。

2. 试验结果的允许差，当含铅量为0.01%以下时，含铅量的允许差为±0.005%，当含铅量为0.01%以上时，含铅量的允许差为±0.01%。

3. 试验结果的允许差，当含铅量为0.01%以下时，含铅量的允许差为±0.005%，当含铅量为0.01%以上时，含铅量的允许差为±0.01%。

4. 试验结果的允许差，当含铅量为0.01%以下时，含铅量的允许差为±0.005%，当含铅量为0.01%以上时，含铅量的允许差为±0.01%。

5. 试验结果的允许差，当含铅量为0.01%以下时，含铅量的允许差为±0.005%，当含铅量为0.01%以上时，含铅量的允许差为±0.01%。

## 部 标 准

SY 2706—77

代替 SYB 2706—59

## 润滑脂皂分测定法

本方法适用于测定润滑脂的皂分含量。

系将润滑脂溶于苯中后，用丙酮沉淀润滑脂苯溶液中的肥皂，然后用重量法测定皂量。

## 一、仪器、材料与试剂

## 1. 仪器与材料

(1) 滴定管：50毫升。

(2) 锥形烧瓶：125或150毫升。

(3) 漏斗：60°角，直径50~70毫米。

(4) 洗瓶：250~500毫升。

(5) 回流冷凝管。

(6) 水浴或带有隐蔽炉丝的电炉。

(7) 干燥箱或恒温箱：加热温度100~105°C。

(8) 刮刀。

(9) 定量滤纸。

(10) 玻璃棒：长150~200毫米，直径3~4毫米，两端烧圆。

(11) 干燥器。

## 2. 试剂

(1) 苯：分析纯。

(2) 丙酮：分析纯。

## 二、准备工作

3. 在清洁而干燥的125毫升锥形烧瓶颈部，叠放一张滤纸，置于100~105°C的烘箱中留置1.5~2小时，取出放在干燥器中冷却至室温，称取其重量准确至

0.0002克。重复进行干燥、冷却及称量等操作，直至两次连续称量间的差数不大于0.001克为止。

4. 用刮刀将试样表面刮掉，然后在不靠近容器壁的至少三处取约等量的试样，一起放在瓷蒸发皿中，仔细调匀，再用表面皿盖好。

5. 取试样1~2克，称准至0.0002克，放入锥形烧瓶（拿出瓶中的滤纸并记下瓶号）内。

### 三、试验步骤

6. 向盛有试样的锥形烧瓶中加苯5~10毫升，然后装上回流冷凝管，在水浴上或在带隐蔽炉丝的电炉上稍热（不许苯沸腾）至全部溶解为止，再将溶液冷却至室温。

7. 用滴定管滴入丙酮50毫升于试样苯的溶液中，旋转锥形烧瓶进行搅拌，此时不应使锥形烧瓶离开桌子。

8. 将锥形烧瓶静置1小时后，用丙酮浸湿滤纸（原在瓶内一起称重的），用此滤纸滤去上层液体，然后用热丙酮洗涤瓶中和滤纸上的肥皂数次，至油完全去掉为止。

9. 洗涤完毕，将带皂的滤纸与带皂的锥形烧瓶一起置于100~105°C的烘箱中留置1.5~2小时，取出放在干燥器中冷却到室温，然后称取其重量准确至0.0002克。重复进行干燥、冷却及称量等操作，直至2次连续称量间的差数不大于0.001克为止。

### 四、计算

10. 试样的皂分含量X (%)按下式计算：

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G_3} \times 100 - Y$$

式中：  $G_1$ ——盛有析出的皂的锥形烧瓶及滤纸的重量，克；

$G_2$ ——清洁干燥的锥形烧瓶及滤纸的重量，克；

$G_3$ ——试样的重量，克；

$Y$ ——按SYB 2709—62测得的试样中机械杂质重量百分数。

### 五、精确度

11. 平行测定两个结果间的差数，不应超过1%。

12. 取平行测定两个结果的算术平均值，作为试样的皂分含量。

## 部 标 准

SY 2707—66

代替 SYB 2707—62

## 润滑脂游离碱和游离

## 有机酸测定法

本方法适用于测定皂基润滑脂中游离碱和游离有机酸的含量。

## 一、仪器与试剂

## 1. 仪器

- (1) 磨口锥形烧瓶或锥形烧瓶：250~300毫升。
- (2) 微量滴定管：2毫升，分度为0.02毫升。
- (3) 电热板或水浴。
- (4) 蛇形或球形回流冷凝管：长约300毫米。
- (5) 刮刀。
- (6) 烧杯或瓷杯。
- (7) 量筒：25、50和100毫升。

## 2. 试剂

- (1) 无铅直馏汽油：干点不超过180°C。
- (2) 95%乙醇：分析纯，用乙醇7.5体积与蒸馏水3.5体积配成60%乙醇水溶液。
- (3) 氢氧化钾：二级纯，用精制的乙醇配成0.05N标准溶液。
- (4) 盐酸：分析纯，配成0.05N水溶液。
- (5) 酚酞：配成1%乙醇溶液。
- (6) 苯：化学纯。

## 二、准备工作

3. 用刮刀将试样的表面刮掉，然后在不靠近容器壁的至少3处，取约等量的试样，装在小烧杯中搅匀。

### 三、试验步骤

4. 在清洁干燥的磨口锥形烧瓶中称取试样2~3克，称准至0.001克。试验粘稠和难溶试样时，称取1~1.5克，称准至0.001克；试验含有游离有机酸在0.1以下的试样时，可称取4~5克，称准至0.1克。

5. 在另一只清洁干燥的磨口锥形烧瓶中，加入汽油30毫升和60%乙醇20毫升，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，将混合物煮沸5分钟。对于难溶于汽油的试样，可用苯代替汽油。

向煮沸过的汽油-乙醇混合物中，加入3~4滴酚酞，在不断摇动下趁热用0.05N氢氧化钾乙醇溶液中和，直至淡玫瑰色出现为止。

6. 将中和过的汽油-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5分钟，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，冷却至室温。

向混合物中加入3~4滴酚酞，在不断摇动下进行滴定，若乙醇-水层为玫瑰色时用0.05N盐酸溶液滴定，直至颜色消失。若乙醇-水层为无色时，用0.05N氢氧化钾乙醇溶液滴定，直至淡玫瑰色出现。

### 四、计算

7. 试样的游离碱 $X_1$ (NaOH%)按下式计算：

$$X_1 = \frac{V_1 \times 0.0020}{G} \times 100$$

式中： $V_1$ ——滴定试样混合液所消耗盐酸溶液的体积(换算至准确0.05N溶液)，毫升；

0.0020——1毫升准确0.05N盐酸溶液相当于氢氧化钠的数量，克；

$G$ ——试样的重量，克。

8. 试样的游离有机酸含量以酸值或以百分数表示。

(1) 试样的酸值 $K$ (毫克KOH/克)按下式计算：

$$K = \frac{V_2 \times 0.00280 \times 1000}{G}$$

式中： $V_2$ ——滴定试样混合液所消耗氢氧化钾乙醇溶液的体积(换算至准确0.05N溶液)，毫升；