Группа Б19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ СВЕТЛЫЕ

Метод определения ароматических углеводородов

ГОСТ
6994—74

White petroleum products.
Method for determination of aromatic hydrocarbons

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на прямогонные и полученные гидрогенизационными процессами светлые нефтепродукты и устанавливает метод определения ароматических углеводородов.

Метод заключается в обработке испытуемого нефтепродукта 98,5—99,0 %-ной серной кислотой, реагирующей с непредельными и ароматическими углеводородами.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Воронки ВД-3—100 ХС или воронки ВД-3—250 ХС по ГОСТ 25336, допускается использование воронок другой конструкции той же вместимости.

Цилиндры исполнения 1, 3 вместимостью 10 и 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Бюретки исполнения 1, 2, 3, 2-го класса точности, вместимостью 25 и 50 $см^3$, с ценой деления 0,10 $см^3$ по НТД.

Колба Кн-2—250 ТХС или колба Кн-2—500 ТХС по ГОСТ 25336.

Промывалка.

Кислота серная х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 4204.

Кислота серная техническая по ГОСТ 2184 и олеум х.ч. или ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 0,5 моль/$дм^3$ водный раствор.

Калий фталевокислый кислый (бифталат калия).

Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 0,1 %-ный водный раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стаканчик СВ-14/В или стаканчик СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Капельница 2—10 ХС или капельница 1—10 ХС по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные любого типа, с погрешностью не более 0,0002 г.

Весы технические любого типа, с погрешностью не более 0,01 г.

Кислота янтарная х.ч. или ч.д.а. по ГОСТ 6341.

Ампулы.

Вакуумная смазка для шлифов делительных воронок.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Установка титра 0,5 моль/дм³ водного раствора гидроокиси натрия

Бифталат калия или янтарную кислоту перекристаллизовывают по ГОСТ 4919.2. В три конические колбы взвешивают по 0,5 г с погрешностью не более 0,0002 г бифталата калия или янтарной кислоты, растворяют их в 50 см³ свежепрокипяченной дистиллированной воды и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розового окрашивания.

Титр раствора гидроокиси натрия (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{40{,}00 \cdot m}{Э \cdot V},$$

где m — масса бифталата калия или янтарный кислоты, г;

$Э$ — эквивалентная масса бифталата калия или янтарной кислоты, соответственно равная 204,22 и 59,04 г;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование массы бифталата калия или янтарной кислоты, см³.

Для приведения фактического титра щелочи к титру точно 0,5 н. раствора на основании полученного значения титра раствора гидроокиси натрия рассчитывают поправочный коэффициент K, который применяют при расчете количества серной кислоты, оставшейся на стенках делительной воронки (п. 3.6).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Приготовление 98,5—99,0 %-ной серной кислоты (по массе)

98,5—99,0 %-ную кислоту готовят из серной кислоты по ГОСТ 4207 с добавлением к ней олеума. Массовую долю свободного серного ангидрида в олеуме пересчитывают на серную кислоту (см. приложение 1).

Количество кислоты и олеума, необходимое для приготовления серной кислоты требуемой концентрации, рассчитывают в объемных процентах. Значения плотности олеума при 20 °С приведены в приложении 2.

Полученную смесь тщательно перемешивают и выдерживают в течение суток, после чего проверяют ее концентрацию по ГОСТ 4204.

При проверке концентрации исходной и полученной кислоты допускается применение ампул, стаканчиков или капельниц.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Чистую сухую делительную воронку подвешивают на тонкой проволоке, прикрепленной к горлу воронки, к коромыслу технохимических весов и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

В делительную воронку наливают при помощи измерительного цилиндра 10 см³ испытуемого нефтепродукта, затем воронку взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и вычисляют массу испытуемого нефтепродукта.

3.2. В делительную воронку с испытуемым нефтепродуктом приливают 30 см³ серной кислоты и содержимое воронки взбалтывают в течение 30 мин при комнатной температуре.

При взбалтывании необходимо периодически осторожно открывать кран делительной воронки во избежание образования в ней повышенного давления. Взбалтывание воронки со смесью можно проводить при охлаждении водой под краном.

По окончании взбалтывания делительную воронку укрепляют в вертикальном положении до отстоя смеси.

3.3. Делительную воронку оставляют в покое на 1 ч, после чего тщательно отделяют нижний сернокислотный слой от верхнего углеводородного. Оставшуюся в сточной трубке делительной воронки кислоту удаляют при помощи фильтровальной бумаги.

3.4. Делительную воронку с оставшимся нефтепродуктом взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и вычисляют массу испытуемого нефтепродукта после обработки серной кислотой.

3.5. Делительную воронку вновь укрепляют в вертикальном положении и сливают нефтепродукт в коническую колбу. Пробку делительной воронки и внутреннюю поверхность промывают дистиллированной водой, собирая промывные воды в колбу с нефтепродуктом.

Содержимое колбы титруют 0,5 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розового окрашивания.

3.6. Количество серной кислоты ($m_к$) в граммах, оставшейся на стенках делительной воронки, вычисляют по формуле

$$m_к = \frac{V_1 \cdot 0{,}02452 \cdot K \cdot 100}{C_к} = \frac{2{,}452 \cdot V_1 \cdot K}{C_к},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3;

0,02452 — количество серной кислоты, соответствующее 1 см^3 точно 0,5 н. раствора гидроокиси натрия, г;

K — поправочный коэффициент для приведения фактического титра раствора гидроокиси натрия к точно 0,5 моль/дм^3;

$C_к$ — концентрация кислоты, взятой для анализа, % (по массе).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ароматических углеводородов (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{[m_1 - (m_2 - m_к)] \cdot 100}{m_1} = \frac{ЙЧ \cdot M}{254},$$

где m_1 — масса анализируемого нефтепродукта до обработки серной кислотой, г;

m_2 — масса анализируемого нефтепродукта после обработки серной кислотой, г;

$m_к$ — масса серной кислоты, оставшейся на стенках делительной воронки, г;

$ЙЧ$ — йодное число анализируемого нефтепродукта, определенное по ГОСТ 2070, в граммах йода на 100 г нефтепродукта;

M — средняя молекулярная масса непредельных углеводородов анализируемого нефтепродукта, которую находят по таблице приложения 3;

254 — молекулярная масса йода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1 абс. %.

Окончательный результат округляется до целых чисел.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

Массовая доля свободного серного ангидрида в серной кислоте в зависимости от ее концентрации, % (по массе)

Свободный SO_3	H_2SO_4	Свободный SO_3	H_2SO_4
0	100,00	50	111,25
2	100,45	54	112,15
4	100,90	58	113,05
6	101,35	62	113,95
8	101,80	66	114,85
10	102,25	70	115,75
14	103,15	74	116,65
18	104,05	78	117,55
22	104,95	82	118,45
26	105,85	86	119,35
30	106,75	90	120,25
34	107,65	94	121,15
38	108,55	98	122,05
42	109,45	100	122,50
46	110,35		

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

Плотность олеума при 20 °С, г/см^3

Свободный SO_3, % (по массе)	Плотность
10	1,862
12	1,860
14	1,876
16	1,883
18	1,890
20	1,897
22	1,904
24	1,911
26	1,917
60	1,961
40	2,001
80	1,995
100	1,920

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

Зависимость молекулярной массы непредельных углеводородов от температуры выкипания 50 % фракции (по объему), определяемой по ГОСТ 2177

Температура выкипания 50 %-ного отгона фракций, °С	Молекулярная масса непредельных углеводородов
50	77
75	87
100	99
125	113
150	128
175	144
200	161
225	180
250	200
260	208

ПРИЛОЖЕНИЕ 3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

Е.М. Никоноров, д-р техн. наук; **В.В. Булатников,** канд. техн. наук; **В.Д. Милованов,** канд. техн. наук; **Л.А. Садовникова,** канд. техн. наук; **Л.В. Никитина; Т.В. Еремина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 02.08.74 № 1864**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6994—54**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 2070—82	4.1
ГОСТ 2177—99	Приложение 3
ГОСТ 2184—77	1.1
ГОСТ 4204—77	1.1; 2.2
ГОСТ 4207—75	2.2
ГОСТ 4328—77	1.1
ГОСТ 4919.1—77	1.1
ГОСТ 4919.2—77	2.1
ГОСТ 6341—75	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 12026—76	1.1
ГОСТ 17299—78	1.1
ГОСТ 18300—87	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)**

6. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1980 г., декабре 1984 г., июле 1987 г. (ИУС 11—80, 4—85, 10—87)**

gost.e-ecolog.ru