МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей

Petroleum products.
Method of test for water-soluble acids and alkalies

ГОСТ 6307—75

Взамен ГОСТ 6307—60

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 июля 1975 г. № 2001 дата введения установлена

01.01.77

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 28.11.91 № 1834

Настоящий стандарт распространяется на жидкие нефтепродукты, присадки, пластичные смазки, парафины, церезины, восковые составы и устанавливает метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей (ВКЩ) в них.

Сущность метода заключается в извлечении водорастворимых кислот и щелочей из нефтепродуктов водой или водным раствором спирта и определения величины pH водной вытяжки pH-метром или реакции среды с помощью индикаторов.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3967—83.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения водорастворимых кислот и щелочей применяют: pH-метр любого типа с погрешностью измерения не более 0,1 pH, со стеклянными хлорсеребряными или каломельными электродами;

посуду и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82:

пробирки любого типа, вместимостью не более 10 $см^3$;

стаканы В-1—100ХС, Н-1—100ХС;

колбу коническую КН-2—100ХС, КН-2—250ХС;

воронку В-56—80ХС, ВД-1—250ХС, ВД-1—500ХС;

цилиндры 1—25, 1—50, 1—100 по ГОСТ 1770—74;

чашку выпарительную 5 по ГОСТ 9147—80;

шпатель;

пипетки исполнения 4 любого типа по ГОСТ 29227—91;

бензин авиационный марки Б-70 или нефрас-С 50/170 по ГОСТ 8505—80 или бензин-растворитель для резиновой промышленности, проверенные на нейтральность;

вода дистиллированная с pH 6—8, проверенная на нейтральность;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, разбавленный 1:1 дистиллированной водой, проверенной на нейтральность;

фенолфталеин (индикатор), 1 %-ный раствор в 60 %-ном этиловом спирте;

метиловый оранжевый (индикатор), 0,02 %-ный водный раствор;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменением № 1, утвержденным в июне 1984 г. (ИУС 9—84).

gost.e-ecolog.ru

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Подготовка пробы испытуемого нефтепродукта

2.1.1. Пробы испытуемого нефтепродукта перемешивают встряхиванием в течение 5 мин в склянке, заполненной не более чем на 3/4 ее вместимости. Вязкие и парафинистые нефтепродукты предварительно нагревают до 50 °С—60 °С, а высокоплавкие составы — до температуры на 10 °С выше температуры плавления.

2.1.2. При испытании пластичных смазок с поверхности испытуемой пробы шпателем снимают и отбрасывают верхний слой (3—5 мм), затем в нескольких местах (не менее трех) берут пробы, примерно в равных количествах, не вблизи стенок сосуда. Отобранные пробы переносят в фарфоровую чашку и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

Общее количество пробы должно быть не менее 50 г.

2.1.1, 2.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2. Дистиллированную воду, бензин и спирт необходимо проверять на нейтральность по метиловому оранжевому и фенолфталеину или при помощи pH-метра.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. При испытании жидких нефтепродуктов в делительную воронку помещают 50 см^3 испытуемого нефтепродукта и 50 см^3 дистиллированной воды, нагретых до 50 °С—60 °С. Легкие нефтепродукты (бензин, лигроин и т. д.), а также продукты, в которых могут образоваться водорастворимые кислоты и щелочи в результате гидролиза, не нагревают.

Если вязкость нефтепродукта более 75 сСт при 50 °С, то его предварительно смешивают при комнатной температуре с 50 см^3 бензина. Затем добавляют 50 см^3 дистиллированной воды, подогретой до 50 °С—60 °С.

Содержимое делительной воронки слегка взбалтывают в течение 5 мин, не допуская образования эмульсии. После отслоя нижний водный слой сливают через воронку с бумажным фильтром в коническую колбу.

3.2. При испытании пластичных смазок, парафинов, церезинов и восковых составов в фарфоровую чашку или коническую колбу берут 50 г предварительно расплавленной пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г. Затем туда наливают 50 см^3 дистиллированной воды, нагревают содержимое до полного расплавления и перемешивают стеклянной палочкой или встряхиванием.

После охлаждения до комнатной температуры отделившийся нижний водный слой осторожно сливают через воронку с бумажным фильтром в коническую колбу. Затвердевшие продукты (парафины, церезин и др.) предварительно прокалывают стеклянной палочкой.

3.3. При испытании присадок в измерительный цилиндр наливают 10 см^3 испытуемой присадки и 40 см^3 бензина. Полученный раствор переносят в делительную воронку, туда же добавляют 50 см^3 подогретой до 50 °С—60 °С дистиллированной воды. Содержимое делительной воронки взбалтывают в течение 5 мин. После отстоя отделившийся нижний водный слой сливают через воронку с бумажным фильтром в коническую колбу.

3.1—3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Если при смешении нефтепродукта с водой образуется эмульсия, то водорастворимые кислоты и щелочи экстрагируют, обрабатывая нефтепродукт спиртовым раствором (1:1), нагретым до 50 °С—60 °С (вместо дистиллированной воды) по пп. 3.1 или 3.3.

3.5. В вытяжках, полученных по пп. 3.1, 3.2, 3.3 и 3.4, определяют наличие водорастворимых кислот и щелочей по величине pH или с помощью индикаторов.

3.5.1. Для определения наличия водорастворимых кислот и щелочей по величине pH в стаканчик помещают 35—50 см^3 вытяжки, погружают электроды на глубину 10—12 мм и замеряют величину pH в соответствии с требованиями по эксплуатации pH-метра.

Отсутствие и наличие водорастворимых кислот и щелочей в водной или водно-спиртовой вытяжке нефтепродуктов устанавливают по таблице.

3.5.2. Для определения наличия водорастворимых кислот и щелочей с помощью индикаторов в две пробирки помещают по 1—10 см^3 вытяжки.

В одну из пробирок помещают две капли раствора метилового оранжевого и сравнивают цвет вытяжки с цветом такого же объема дистиллированной воды, в которую добавляют две капли раствора метилового оранжевого, налитой в третью пробирку. Окрашивание вытяжки в розовый цвет указывает на наличие в испытуемом нефтепродукте водорастворимых кислот.

Во вторую пробирку прибавляют три капли раствора фенолфталеина.

Окрашивание раствора в розовый или красный цвет указывает на наличие водорастворимых щелочей.

Нефтепродукт считается не содержащим водорастворимых щелочей или кислот при отсутствии розового или красного окрашивания вытяжки от фенолфталеина или метилового оранжевого индикаторов.

3.5.3. При разногласиях, возникших при оценке качества нефтепродуктов, испытание на наличие водорастворимых кислот и щелочей проводят по п. 3.5.1.

3.5.2, 3.5.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Сходимость

Два результата определения, полученные одним исполнителем на одной и той же аппаратуре и пробе продукта, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, приведенных в таблице.

4.2. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные в разных лабораториях на одной и той же пробе продукта, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, приведенных в таблице.

Характеристика водной вытяжки нефтепродукта	pH	Сходимость, pH	Воспроизводимость, pH
Кислая	До 4,0	0,2	1,9
Слабокислая	Св. 4,0 до 6,0	0,3	1,9
Отсутствие водорастворимых кислот и щелочей	» 6,0 » 8,0	0,3	1,9
Слабощелочная	» 8,0 » 10,0	0,3	1,9
Щелочная	» 10,0	0,3	1,9

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru