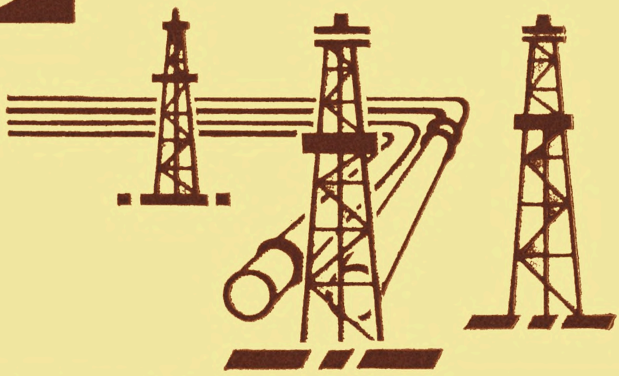
ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК



НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ЧАСТЬ 1

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Часть I

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва
1987

УДК 665.521.001.4(083.7)

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Нефтепродукты. Методы испытаний» часть I содержит стандарты, утвержденные до 1 марта 1987 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

Н $\frac{30801}{085(02)-87}$—87

© Издательство стандартов, 1987

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ СВЕТЛЫЕ

Метод определения бромных чисел (массовой доли непредельных углеводородов) электрометрическим способом

ГОСТ 8997—59*

White oil products. Method of determination of bromine numbers (of unsaturated hydrocarbons content) by electrometric way

ОКСТУ 0240

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР 26 января 1959 г. Срок введения установлен

с 01.07.59

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 21.03.85 № 655 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения бромных чисел (массовой доли непредельных углеводородов) в жидком топливе и нефтяных растворителях.

Метод заключается в растворении испытуемого нефтепродукта в кислом смешанном растворителе и электрометрическом титровании полученного раствора бромид-броматом; конец титрования автоматически фиксируется при помощи электронного индикатора.

Бромное число, выраженное в граммах брома, присоединяющегося к 100 г нефтепродукта, вычисляют по количеству бромид-бромата, пошедшему на титрование.

Массовую долю непредельных углеводородов определяют по величине бромного числа и по среднему молекулярному весу испытуемого нефтепродукта.

I. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Электронный прибор для определения бромных чисел типа БЧ или конструкции СКБ АНН, состоящий из электронного индикатора и титровального стенда.

Схема прибора в общем виде показана на чертеже. Прибор состоит из титровального стенда и электронного сигнализатора, соединенных между собой многожильным кабелем. Описание при-

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание с Изменением № 1, утвержденным в марте 1983 г. (ИУС 6—83).*

бора и принципиальная электрическая схема его приведены в справочном приложении.

Мензурки вместимостью 50 или 100 см³ по ГОСТ 1770—74, пипетки 1—1—1; 1—1—2; 2—1—5; 2—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Колба К-1—1000—45/40-ТС или К-2—1000—50-ТС по ГОСТ 25336—82.

Колба КН 1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Стакан В1—100 ТС по ГОСТ 25336—82.

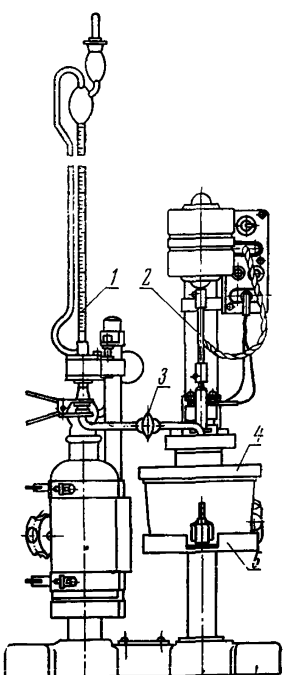
Холодильник ХПТ-1—400—14/23 ХС или ХПТ-1—600—14/23 по ГОСТ 25336—82.

Дефлегматор 250—19/26—29/32-ТС по ГОСТ 25336—82.

Капельница по ГОСТ 25336—82.

Соединительные элементы: П1—1—45/40—14/29 ТС, П10——19/26—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

Термометр 4-Б-3 по ГОСТ 215—73 или аналогичный с ценой деления не более 0,1° С.



Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, «ч.д.а.». Допускается применять препарат «чистый», предварительно дважды обработанный 10%-ным раствором гидроокиси натрия (при соотношении объемов 1 : 1), промытый дистиллированной водой, высушенный над хлористым кальцием и перегнанный с дефлегматором. Для приготовления растворителя отбирают фракцию выкипающую в пределах 76—77,5° С, при давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.).

Спирт метиловый по ГОСТ 6995—77. Спирт, применяемый для приготовления растворителя, предварительно очищают. Для этого спирт наливают в колбу, выдерживают в течение суток при температуре окружающей среды над твердым едким натром и перегоняют с елочным дефлегматором. Для приготовления растворителя отбирают фракцию, выкипающую в пределах 64—67° С при давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а., 10 и 30%-ный водные растворы.

Ртуть хлорная (сулема) по нормативно-технической документации, ч. д. а., 10%-ный раствор в этиловом спирте.

Растворитель для растворения испытуемого нефтепродукта, представляющий собой смесь в объемных соотношениях следующих препаратов:

уксусная киелота	80 частей,
четыреххлористый углерод	15 частей,
спирт метиловый	7 частей,
кислота серная, 30%-ный раствор . .	2 части,
ртуть хлорная (сулема), 10%-ный спиртовый раствор	2 части.

Если при приготовлении растворителя наблюдается разогревание, то склянку со смесью охлаждают.

Растворитель должен храниться в темном и прохладном месте.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74, ч. д. а.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, х. ч. или ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч. или ч. д. а.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ СТ СЭВ 223—75, ч. д. а., титрованный раствор 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Бромид-бромат, раствор 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), приготовленный растворением 49,6 г бромистого калия и 13,92 г бромноватокислого калия в дистиллированной воде с доведением объема раствора до 1 дм^3.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а., твердый и 10%-ный водный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Кальций хлористый плавленый.
Лед размельченный.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Титр 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) раствора бромид-бромата устанавливают следующим образом: 2 г йодистого калия помещают в коническую колбу и растворяют в 3 см³ дистиллированной воды; к раствору приливают 10 см³ 10%-ного раствора серной кислоты и точно 5 см³ раствора бромид-бромата. Выделившийся йод оттитровывают 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствором тиосульфата натрия.

Титр раствора бромид-бромата (T), выраженный в граммах брома, вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot 0{,}008}{5},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

0,008 — количество брома, соответствующее 1,0 см³ точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствора тиосульфата натрия, г;

5 — объем раствора бромид-бромата, взятый для титрования, см³.

Титрованный раствор бромид-бромата должен храниться в темном месте.

3. Перед испытанием растворитель охлаждают до 3—5° С.

4. Включают электронный индикатор и прогревают в течение 5 мин. Затем проверяют реле времени, для чего замыкают накоротко электроды и по секундомеру проверяют через сколько времени загорается сигнальная лампа «Окончание титрования». Это время должно быть 30—35 с.

5. Бюретку *1* (см. чертеж) наполняют 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) раствором бромид-бромата до метки 0, а сосуд *4* для охлаждения наполняют кусочками льда.

III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6. В стеклянный стакан вместимостью 100 см³ наливают 50 см³ охлажденного растворителя и помещают стакан в сосуд со льдом.

В растворитель вносят массу испытуемого нефтепродукта.

Массу нефтепродукта для анализа берут или из капельницы, взвешивая ее с погрешностью не более 0,01 г до и после взятия нефтепродукта на анализ, или отмеривают нефтепродукт для анализа пипеткой, определив предварительно плотность испытуемого нефтепродукта при температуре взятия массы.

Если испытуемый нефтепродукт плохо растворяется в смешанном растворителе, то массу нефтепродукта предварительно растворяют в стакане вместимостью 100 см³ в 5—15 см³ четыреххлористого углерода, а затем в стакан наливают 50 см³ охлажденного растворителя.

Количество испытуемого нефтепродукта для анализа берут в зависимости от величины предполагаемого бромного числа, руководствуясь таблицей.

Бромное число	Масса нефтепродукта, г
До 1	5—10
Св. 1 до 10	2—5
Св. 10 до 20	1—2

Массу топлива Т-1, ТС-1 и Т-2 берут в количестве не более 1 г, независимо от величины бромного числа.

7. После внесения в растворитель массы испытуемого нефтепродукта поднимают столик *5* (см. чертеж) титровального стенда в верхнее положение, включают мешалку *2* и перемешивают раствор в течение 1—2 мин.

Затем стрелку индикатора при помощи регулятора настройки устанавливают на 2,5 мА и включают титрование раствором бромид-бромата. Скорость титрования регулируют краном *3* (см. чертеж) бюретки *1* с тем, чтобы количество раствора, вытекающего из бюретки, было не более 30 капель в 1 мин.

Титрование проводится до зажигания сигнальной лампочки «Окончание титрования», после чего записывают объем раствора бромид-бромата, пошедшего на титрование.

Если по окончании титрования раствор окажется мутным, определение повторяют, беря меньшую массу нефтепродукта или большее количество растворителя.

8. Для вычисления бромного числа проводят контрольный опыт так же, как описано в п. 7, но без нефтепродукта. На титрование 50 см³ растворителя должно расходоваться не более 0,06 см³ раствора бромид-бромата.

IV. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

9. Бромное число испытуемого нефтепродукта (*БЧ*) вычисляют по формуле

$$БЧ = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) раствора бромид-бромата, пошедший на титрование в опыте с испытуемым нефтепродуктом, см³;

V_1 — объем 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) раствора бромид-бромата, пошедший на титрование в контрольном опыте, см³;

T — титр 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) раствора бромид-бромата, выраженный в граммах брома;

m — масса испытуемого нефтепродукта, г.

10. Бромное число испытуемого нефтепродукта определяют в двух последовательных определениях. Из результатов двух последовательных определений берут среднее арифметическое.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

11. Массовую долю непредельных углеводородов (H) в процентах вычисляют по формуле

$$H = \frac{БЧ \cdot M}{160},$$

где $БЧ$ — бромное число испытуемого нефтепродукта;

M — средний молекулярный вес непредельных углеводородов испытуемого нефтепродукта; для авиационного бензина средний молекулярный вес принимают равным 100, а для топлива Т-1, ТС-1 и Т-2 — равным 175;

160 — молекулярный вес брома.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

12. Расхождения между двумя последовательными определениями бромного числа не должны превышать следующих величин:

Бромное число	Допускаемое расхождение
До 1	15% от величины меньшего результата
Св. 1	10% от величины меньшего результата

13. Расхождения между двумя последовательными определениями массовой доли непредельных углеводородов не должны превышать 0,3%.

12, 13. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ОПИСАНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПРИБОРА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ БРОМНЫХ ЧИСЕЛ

Принципиальная электрическая схема прибора изображена на чертеже настоящего приложения.

Цепь электрода *Э* состоит из сопротивления R_1 и R_3. Э. д. с. этой цепи складывается из падения напряжения на сопротивлении R_3 э. д. с. поляризации электродов. При изменении тока, протекающего через раствор, что вызывается изменением электропроводности раствора и э. д. с. поляризации электродов, изменяется падение напряжения на R_1 и потенциал сетки правого триода $Л_1$.

Этот триод является усилителем постоянного тока и работает в режиме катодного повторителя. Падение напряжения на катодной нагрузке правого триода (R_2 и R_3) подается на сетку левого триода $Л_1$, в аноде которого включен миллиамперметр *ма* (стрелочный индикатор) и сопротивление R_{18}.

Переменное сопротивление R_5 служит для регулирования потенциала сетки левого триода.

Перед началом титрования подбирают такую величину R_5 (регулятор настройки), чтобы стрелка индикатора *ма* находилась на отметке нулевого тока (ток около 2,5 *мА*). При этом якорь реле P_2 будет отпущен (тиратрон $Л_2$ погашен).

Когда титрование подходит к концу, падение очередной капли титрованного раствора в стакан вызывает возрастание тока в цепи электродов. При этом возрастает потенциал сетки правого триода, резко возрастает потенциал сетки левого триода и его анодный ток; стрелка индикатора отклоняется вправо за отметку 3,2 *мА*, а якорь реле P_2 притягивается; сигнальная лампа $Л_4$ загорается и запускается электронное реле, собранное на лампе $Л_3$.

Если якорь реле P_2 остается притянутым 30—35 *с*, то срабатывает реле P_3 и загорается сигнальная лампа $Л_5$ — «Окончание титрования». Сопротивление R_{15} служит для регулировки выдержки реле времени. Реле P_2 и P_3 управляют сигнальными лампами и электромагнитным клапаном бюретки P_1.

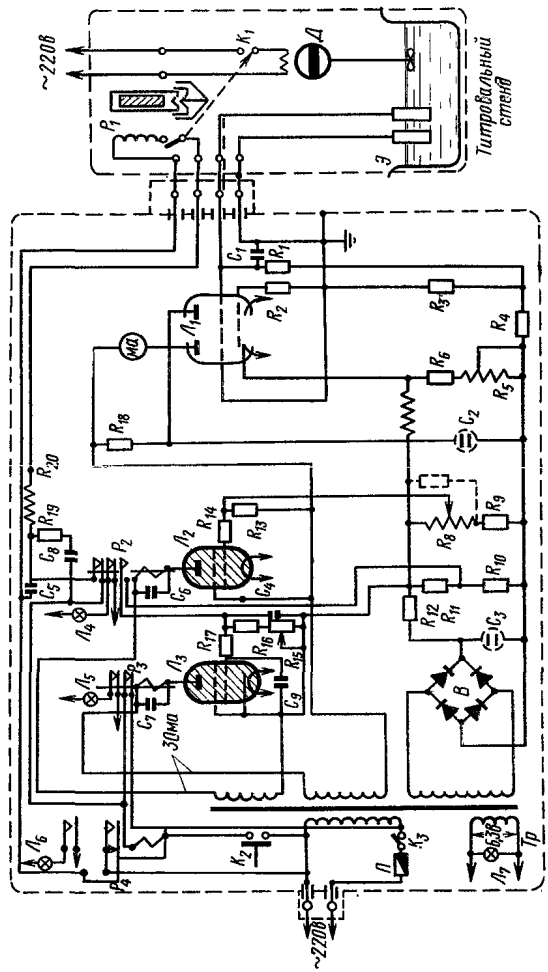
Работа схемы протекает следующим образом. При нажатии кнопки K_2 («пуск») притягивается якорь реле P_4, что вызывает зажигание сигнальной лампы $Л_6$ начала титрования и подачу напряжения на обмотку электромагнитного клапана бюретки P_1.

Конусный плунжер клапана поднимается над сферическим седлом и титрованный раствор начинает вытекать из бюретки. При срабатывании реле P_2 напряжение с обмотки клапана снимается и поступление раствора из бюретки прекращается. Этим допускается то, что при приближении к концу титрования следующая капля титрованного раствора вводится только тогда, когда предыдущая капля будет перемешана и прореагирует. Когда очередная капля вызовет увеличение тока в цепи электродов на время более 30 *с*, срабатывает реле P_3, что вызывает отпадение якоря реле P_4 и закрытие клапана бюретки. Вновь клапан бюретки откроется только после нажатия кнопки K_2 («пуск»).

Прибор может быть использован и с обычной бюреткой без электромагнитного клапана и с бюреткой-дозатором Б-701. Электронное реле времени в этом случае также может быть выключено. Конец титрования тогда устанавливается по отклонению стрелки индикатора на время более 30 *с* при падении очередной капли титрованного раствора.

Питание прибора осуществляется от сети переменного тока.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



Электронный индикатор

СОДЕРЖАНИЕ

Общие методы испытаний

ГОСТ	14921—78	Газы углеводородные сжиженные. Методы отбора проб	3
ГОСТ	15823—70	Масла и смазки. Метод определения давления насыщенных паров	11
ГОСТ	4333—48	Масла и темные нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле	19
ГОСТ	981—75	Масла нефтяные. Метод определения стабильности против окисления	25
ГОСТ	11257—65	Масла нефтяные. Определение стабильности энергетических масел по статическому методу	34
ГОСТ	19199—73	Масла смазочные. Метод определения антикоррозионных свойств	40
ГОСТ	11851—85	Нефть. Метод определения парафина	45
ГОСТ	14203—69	Нефть и нефтепродукты. Диэлькометрический метод определения влажности	58
ГОСТ	11011—85	Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2	65
ГОСТ	2517—85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб	90
ГОСТ	1510—84	Нефть и нефтепродукты. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение	121
ГОСТ	11362—76	Нефтепродукты. Метод определения числа нейтрализации потенциометрическим титрованием	159
ГОСТ	1431—85	Нефтепродукты и присадки. Метод определения серы хроматным способом	177
ГОСТ	6370—83	Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей	184
ГОСТ	21261—75	Нефтепродукты. Метод определения удельной теплоты сгорания	190
ГОСТ	2477—65	Нефтепродукты. Метод определения содержания воды	217
ГОСТ	6307—75	Нефтепродукты. Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей	224
ГОСТ	7163—84	Нефтепродукты. Метод определения вязкости автоматическим капиллярным вискозиметром	229

ГОСТ 1461—75 Нефть и нефтепродукты. Метод определения зольности 241
ГОСТ 33—82 Нефтепродукты. Метод определения кинематической и расчет динамической вязкости 248
ГОСТ 5985—79 Нефтепродукты. Метод определения кислотности и кислотного числа 259
ГОСТ 6258—85 Нефтепродукты. Метод определения условной вязкости 267
ГОСТ 19932—74 Нефтепродукты. Метод определения коксуемости по Конрадсону 274
ГОСТ 8852—74 Нефтепродукты. Метод определения коксуемости на аппарате типа ЛКН-70 279
ГОСТ 6793—74 Нефтепродукты. Метод определения температуры каплепадения 283
ГОСТ 2177—82 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава 287
ГОСТ 2667—82 Нефтепродукты светлые. Метод определения цвета . 312
ГОСТ 20284—74 Нефтепродукты. Метод определения цвета на колориметре ЦНТ 314
ГОСТ 20287—74 Нефтепродукты. Методы определения температуры застывания 318
ГОСТ 4255—75 Нефтепродукты. Метод определения температуры плавления по Жукову 326
ГОСТ 8674—58 Нефтепродукты. Определение фракционного состава методом испарения 330
ГОСТ 8997—59 Нефтепродукты светлые. Метод определения бромных чисел (массовой доли непредельных углеводородов) электрометрическим способом 335
ГОСТ 10577—78 Нефтепродукты. Метод определения содержания механических примесей 343
ГОСТ 10364—63 Нефтепродукты темные. Определение содержания ванадия методом колориметрирования 353
ГОСТ 1437—75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения содержания серы 357
ГОСТ 3877—49 Нефтепродукты тяжелые. Метод определения содержания серы сжиганием в калориметрической бомбе . 365
ГОСТ 26378.0—84 Нефтепродукты отработанные. Общие требования к методам испытания 374
ГОСТ 26378.1—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения воды 376
ГОСТ 26378.2—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения механических примесей и загрязнений 381
ГОСТ 26378.3—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения условной вязкости 383
ГОСТ 26378.4—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения температуры вспышки в открытом тигле 386

ГОСТ 11858—66 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания асфальтово-смолистых веществ 388

ГОСТ 5211—85 Смазки пластичные. Метод определения массовой доли мыл, минерального масла и высокомолекулярных органических кислот 396

ГОСТ 6479—73 Смазки пластичные. Метод определения содержания механических примесей разложением соляной кислотой 402

ГОСТ 9127—59 Смазки пластичные. Методы определения вязкости и предела прочности пластовискозиметром 406

ГОСТ 26581—85 Смазки пластичные. Метод определения эффективной вязкости на ротационном вискозиметре 415

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Методы испытаний

Часть 1

Редактор *С. И. Бобарыкин*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *А. П. Якуничкина*

Сдано в наб. 28.10.86. Подп. в печ. 13.05.87. Формат 60×90$^{1}/_{16}$. Бумага книжно-журнальная. **Гарнитура** литературная. Печать высокая. 26,5 усл. п. л. 26,75 усл. кр.-отт. 24,80 уч.-изд. л. **Тираж** 10000 экз. Зак. 3234. Цена 1 р. 40 к. Изд. № 9024/2.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов,
123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3

Великолукская городская типография управления издательств,
полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12

gost.e-ecolog.ru