Издание официальное

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 981—55
	Масла нефтяные МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТАБИЛЬНОСТИ ПРОТИВ ОКИСЛЕНИЯ	Взамен ГОСТ 981—52
		Группа Б09

Настоящий стандарт распространяется на метод определения по способу ВТИ стабильности против окисления трансформаторных, турбинных и других нефтяных масел, характеризующий способность их противостоять окислительному воздействию кислорода воздуха при повышенной температуре. Стабильность по методу ВТИ характеризуется содержанием водорастворимых кислот (нелетучих и летучих) после окисления масла в легких условиях, отвечающих начальной стадии его старения, а также кислотным числом и количеством осадка в масле, подвергнутом глубокому искусственному старению (общая стабильность).

Основным показателем является способность масла образовывать водорастворимые кислоты в начале старения. Если масло не выдержало это испытание, то определение его общей стабильности не производится.

Применение метода предусматривается в стандартах и ведомственных технических условиях на нефтяные масла.

I. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. При определении стабильности против окисления нефтяных масел необходима следующая аппаратура:

а) Приборы для окисления масел стеклянные (черт. 1) — 4 шт.

б) Шарики металлические диаметром $5 \pm 0{,}1$ *мм* из низкоуглеродистой стали — 4 шт.; из меди марки М0 или М1 по ГОСТ 859—66 * — 4 шт.

в) Спирали диаметром 15 *мм* и длиной 65 *мм*, сделанные из стальной низкоуглеродистой проволоки по ГОСТ 3282—46 диаметром 1 *мм*, длиной 1000 *мм*, — 4 шт.

г) Пластинки из меди марки М0 или М1 по ГОСТ 859—66 * — 4 шт.; толщина пластинки 0,2—0,3 *мм*; форма и размеры пластинки приведены на черт. 4.

* До 1/VII 1967 г. действует ГОСТ 859 — 41.

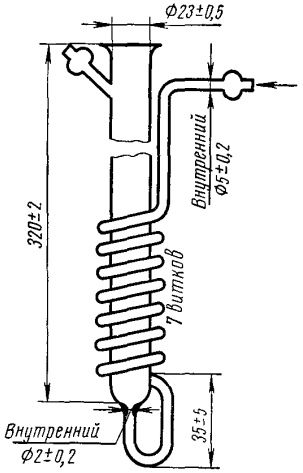
Внесен Министерством электростанций	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 31/XII 1955 г.	Срок введения 1/VI 1956 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

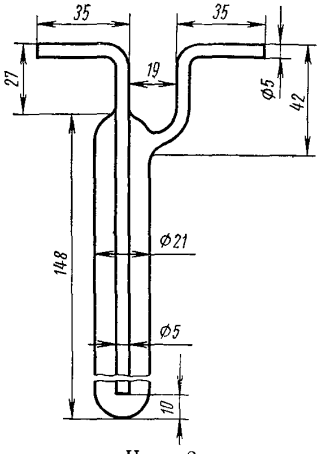
gost.e-ecolog.ru

д) Баня масляная (на 4 прибора) с электронагревом, снабженная мешалкой.

Баня должна обеспечивать нагрев до 120 ± 0,5° С и постоянство этой температуры во все время опытов. Регулировка температуры может производиться автоматически или при помощи реостатов. Высота бани должна обеспечивать возможность погружения в масло всего змеевика прибора для окисления.



Черт. 1



Черт. 2

е) Термометр лабораторный по ГОСТ 215—57 с пределами шкалы от 0 до 150° С.

ж) Промывные склянки для раствора едкого натра и серной кислоты.

з) Промывные склянки (с водой) для улавливания летучих кислот (черт. 2).

и) Реометры с градуировкой, допускающей замер количества воздуха от 30 до 75—100 *мл* в минуту (на каждый прибор), — 4 шт.

к) Реометры с градуировкой, допускающей замер количества кислорода от 50 до 250—300 *мл* в минуту (на каждый прибор), — 4 шт.

л) Предохранительные склянки (ловушки), препятствующие попаданию керосина из реометров (в случае его выброса) в реакционные сосуды.

м) Баллон по ГОСТ 949—57 со сжатым кислородом с кислородным редуктором.

н) Воздуходувка или лабораторный компрессор, или баллон со сжатым воздухом, или общая магистраль для нагнетания воздуха.

о) Регулятор давления воздуха водяной.

п) Штативы с зажимами к ним для укрепления в масляной бане приборов для окисления — 4 шт.

р) Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64:

цилиндры измерительные с притертой пробкой, номинальной вместимостью 100 *мл* — 4 шт.;

цилиндры измерительные с притертой пробкой, номинальной вместимостью 250 *мл* — 4 шт.;

микробюретка номинальной вместимостью 2 *мл* с оттянутым кончиком — 1 шт.;

пипетки без подразделений номинальной вместимостью 3, 20 и 25 *мл* — по 1 шт.;

колбы измерительные номинальной вместимостью 25 *мл* — 4 шт.

с) Воронки делительные номинальной емкостью 150 *мл* — 4 шт.

т) Воронки химические диаметром 70—100 *мм* — 4 шт.

у) Холодильники водяные — 4 шт.

ф) Пробирки белого стекла — 5 шт.

х) Колбы конические по ГОСТ 10394—63:

номинальной емкостью 250 *мл* — 6 шт.

номинальной емкостью 50 *мл* — 12 шт.

ц) Баня водяная — 1 шт.

2. Для анализа необходимы следующие рактивы и материалы:

а) Бензин очищенный, фракция 60—120° С. Для приготовления очищенного бензина берут бензин прямой перегонки, не содержащий тетраэтилсвинца, например, авиационный бензин Б-70 по ГОСТ 1012—54, и встряхивают его в делительной воронке по 30 *мин* сначала с равным объемом, а затем два раза с половинными объемами 98%-ной серной кислоты. После обработки серной кислотой бензин нейтрализуют 3%-ным раствором едкого натра, промывают водой до нейтральной реакции по фенолфталеину, сушат фильтрованием через 2—3 слоеных бумажных фильтра и перегоняют с елочным дефлегматором высотой 200 *мм* или дефлегматором Глинского. При перегонке отбирают фракцию 60—120° С.

б) Бензол по ГОСТ 5955—51, «ч. д. а.», перегнанный.

в) Спирт этиловый реактифицированный по ГОСТ 5962—67.

г) Спирто-бензольная смесь, приготовленная смешиванием 1 объема свежеперегнанного этилового спирта и 4 объемов свежеперегнанного бензола.

д) Спирт метиловый (метанол) по ГОСТ 2222—65.

е) Кислота серная по ГОСТ 4204—66, «ч. д. а.», или «ч.» для наполнения промывной склянки.

ж) Натр едкий по ГОСТ 4328—66, «ч. д. а.» или «ч.», водный раствор плотностью 1,365 для наполнения промывной склянки.

з) Кали едкое по ГОСТ 4203—65, «х. ч.» или «ч. д. а.». 0,025 н водный титрованный раствор и 0,05 и спиртовый титрованный раствор.

и) Щелочный голубой (индикатор) ≈2%-ный спиртовый раствор.

к) Метиловый оранжевый (индикатор), 0,1%-ный водный раствор.

л) Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовый раствор.

м) Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

н) Хромовая смесь.

о) Масло нефтяное с температурой вспышки в открытом тигле не ниже 250° С.

п) Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—66.

р) Шкурка шлифовальная с зернистостью шлифпорошка № 100 или № 120.

с) Изооктан эталонный по ГОСТ 4374—48 или бензин растворитель для резиновой промышленности (бензин «Галоша») по ГОСТ 443—56.

Бензин «Галоша» обрабатывают дважды 7%-ным водным раствором едкого натра, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по фенолфталеину и сушат фильтрованием через 2—3 бумажных фильтра.

II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3. Приборы для окисления промывают сначала холодной спиртобензольной смесью, затем кипятят с таковой 15 *мин*, после чего промывают этиловым спиртом, водой, несколько раз горячей хромовой смесью и, наконец, концентрированной серной кислотой. После многократного ополаскивания водой, под конец дистиллированной, приборы проверяют на отсутствие кислоты и сушат горячим воздухом.

4. Металлические шарики, пластинку и спираль промывают спирто-бензольной смесью. Медную пластинку и медные шарики перед опытом восстанавливают метиловым спиртом (нагревают восстановительным пламенем газовой горелки и погружают в метиловый спирт).

Стальную спираль и стальные шарики тщательно протирают шлифовальной шкуркой, опускают на 15 *мин* в кипящую спиртобензольную смесь, затем промывают этиловым спиртом и высушивают фильтровальной бумагой.

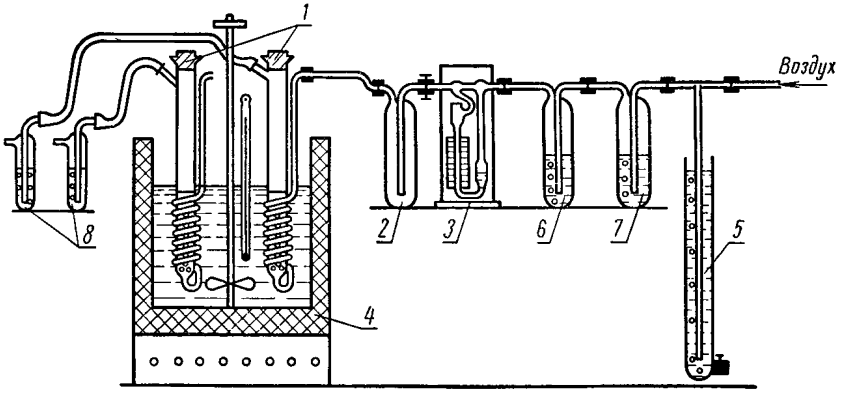
Примечание. Медную пластинку удобно восстанавливать в согнутом в кольцо виде; перед погружением в масло она расправляется (при этом горизонтальные крылья в верхней ее части слегка загибаются одно вперед, другое назад).

III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ, ОЦЕНИВАЮЩЕГО СПОСОБНОСТЬ МАСЛА К ОБРАЗОВАНИЮ ВОДОРАСТВОРИМЫХ КИСЛОТ В НАЧАЛЕ СТАРЕНИЯ

5. Окисление масла. В чистый и сухой прибор для окисления (черт. 1), в котором было ранее проведено не менее одного опыта окисления масла, берут навеску испытуемого масла 30 *г*

с точностью до 0,1 *г*. Затем в масло опускают один стальной и один медный шарик и плотно закрывают горлышко прибора чистой (промытой спиртом, несколько раз теплой водой и высушенной) резиновой пробкой.

Заполненный таким образом прибор опускают в масляную баню, нагретую до 120° С, так чтобы все витки змеевика были покрыты маслом бани (уровень последнего должен быть выше уровня масла в приборе), присоединяют с помощью резиновой трубки к отводной трубке прибора промывную склянку (черт. 2), содержащую 20 *мл* дистиллированной воды, и выдерживают прибор в бане при температуре 120° С в течение 6 *ч* при непрерывном пропускании через испы-



1 — приборы для окисления масел; *2* — ловушка; *3* — реометр; *4* — масляная баня с электрическим обогревом; *5*—водяной регулятор давления; *6*—промывная склянка с серной кислотой; *7* — промывная склянка с едким натром; *8*—промывные склянки с водой

Черт. 3

туемое масло тока воздуха (путем нагнетания его со стороны очистительной системы с помощью воздуходувки, лабораторного компрессора или непосредственно из баллона со сжатым воздухом) со скоростью 50 *мл/мин*, контролируемой реометром.

Общая схема расположения установки для проведения опыта изображена на черт. 3, где предусмотрены очистка окисляющего воздуха в промывных склянках с раствором едкого натра и серной кислотой перед поступлением в масло.

6. Определение содержания нелетучих водорастворимых кислот. По окончании окисления прибор вынимают из бани и охлаждают до комнатной температуры (20±3° С).

Затем сразу же берут в коническую колбу емкостью 250 *мл* навеску окисленного масла 25 *г* с точностью до 0,1 *г*, приливают к этой

навеске 25 *мл* дистиллированной воды и нагревают на водяной бане до 70° С.

При анализе турбинных и эмульгирующих трансформаторных масел к навеске испытуемого масла сначала приливают 20 *мл* эталонного изооктана или бензина «Галоша», а затем приливают дистиллированную воду.

Нагретую смесь из колбы переливают в делительную воронку, которую затем взбалтывают в течение 5 *мин*.

После отстаивания и разделения слоев спускают водный слой из делительной воронки в коническую колбу емкостью 50 *мл*.

Из водной вытяжки в конической колбе берут при помощи пипетки 3 *мл* в чистую пробирку, добавляют в нее 1 каплю раствора метилового оранжевого и сравнивают цвет испытуемой водной вытяжки с цветом 1 *мл* чистой дистиллированной воды, налитой в другую пробирку, в которую добавлена 1 капля раствора метилового оранжевого. Если цвет воды в обеих пробирках одинаков, то реакция водной вытяжки является нейтральной по метиловому оранжевому.

Верхний слой (масло или раствор его в изооктане) в делительной воронке снова встряхивают с 25 *мл* нагретой до 70° С дистиллированной воды, отстаивают, водный слой сливают в отдельную колбу и проверяют реакцию по метиловому оранжевому.

Экстракцию масла (или его раствора) повторяют до тех пор, пока водная вытяжка не окажется нейтральной по метиловому оранжевому.

От всех водных вытяжек, в том числе и от нейтральной, берут пипеткой по 20 *мл* и сливают в коническую колбу емкостью 250 *мл*. Отобранную смесь водных вытяжек титруют 0,025 н водным раствором едкого кали в присутствии 3 капель раствора фенолфталеина до появления слабо-розового окрашивания.

Параллельно проводят контрольный опыт путем титрования тем же раствором едкого кали в присутствии 3 капель раствора фенолфталеина, 60 *мл* дистиллированной воды, применявшейся для экстракции нагретой предварительной до 70° С и охлажденной затем до комнатной температуры.

Содержание нелетучих водорастворимых кислот в окисленном масле ($K_в$) в *мг* КОН на 1 *г* вычисляют по формуле:

$$K_в = \left(V - \frac{V_1 \cdot n}{3}\right) \cdot T \cdot \frac{1{,}25}{25} = 0{,}05 \cdot \left(V - \frac{V_1 \cdot n}{3}\right) \cdot T, \ldots \qquad (I)$$

где:

V — объем 0,025 н раствора едкого кали, пошедший на титрование смеси отобранных водных вытяжек, в *мл*;

V_1 — объем 0,025 н раствора едкого кали, пошедший на титрование 60 *мл* дистиллированной воды, в *мл*;

n — число водных вытяжек, от которых взято по 20 *мл* для титрования;

3 — отношение 60 *мл* к 20 *мл*;

T — титр 0,025 н раствора едкого кали, выраженный в *мг*;

1,25 — отношение объема дистиллированной воды, израсходованной на получение одной водной вытяжки, к объему части этой вытяжки, взятому для титрования;

25 — навеска окисленного масла в *г*.

Содержание нелетучих водорастворимых кислот в испытуемом масле вычисляют как среднее арифметическое двух параллельных определений.

Расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,002 *мг* на 1 *г*.

7. Определение содержания летучих водорастворимых кислот. По окончании окисления содержимое промывной склянки, служащей для улавливания летучих кислот, выливают в измерительную колбу вместимостью 25 *мл*, ополаскивают промывную склянку 5 *мл* дистиллированной воды, которую сливают в ту же измерительную колбу, и доводят объем жидкости в колбе дистиллированной водой до метки.

Затем берут из измерительной колбы пипеткой 20 *мл* испытуемого раствора в коническую колбу емкостью 50 *мл* и титруют 0,025 н раствором едкого кали в присутствии 3 капель раствора фенолфталеина до появления слабо-розового окрашивания.

Содержание летучих водорастворимых кислот, образующихся при окислении испытуемого масла ($K_{вл}$), в *мг* КОН на 1 *г* вычисляют по формуле:

$$K_{вл} = \left(V_2 - \frac{V_1}{3}\right) \cdot T \cdot \frac{1{,}25}{30} = 0{,}0417 \left(V_2 - \frac{V_1}{3}\right) \cdot T, \ldots, \qquad (II)$$

где:

V_1 — объем 0,025 н раствора едкого кали, пошедший на титрование 60 *мл* дистиллированной воды, в *мл*;

V_2 — объем 0,025 н раствора едкого кали, пошедший на титрование 20 *мл* испытуемого раствора, в *мл*;

3 — отношение 60 *мл* к 20 *мл*;

T — титр 0,025 н раствора едкого кали, выраженный в *мг*;

1,25 — отношение общего объема водного раствора летучих кислот к объему, взятому для титрования;

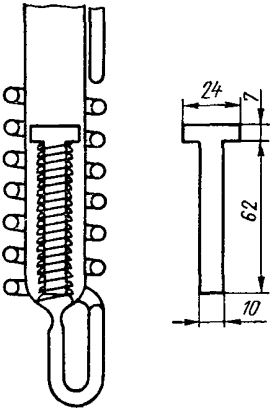
30 — навеска испытуемого масла в *г*.

Примечание. Вся лабораторная посуда (колбы, делительные воронки, пробирки), применяемая при испытании по пп. 6 и 7 настоящего стандарта, предварительно проверяется на чистоту путем споласкивания дистиллированной водой, испытываемой затем с метиловым оранжевым и фенолфталеином.

IV. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ, ОЦЕНИВАЮЩЕГО ОБЩУЮ СТАБИЛЬНОСТЬ МАСЛА ПРОТИВ ОКИСЛЕНИЯ

8. Испытание проводят в приборе, указанном в п. 1 *а* (черт. 1), подготовленном в соответствии с пп. 3 и 4 настоящего стандарта, в котором ранее было проведено не менее одного опыта окисления масла.

Заполняют прибор в соответствии с п. 5 настоящего стандарта с той разницей, что вместо стального и медного шариков в масло опускают медную пластинку с надетой на нее стальной спиралью (положение пластинки и спирали в сосуде для окисления изображено на черт. 4) и закрывают горлышко прибора чистой (промытой бензолом и высушенной) корковой пробкой или ватой.



Черт. 4

Заполненный таким образом прибор опускают в масляную баню, нагретую до 120° С, так чтобы все витки змеевика были покрыты маслом бани (уровень последнего должен быть выше уровня масла в приборе), и выдерживают при этой температуре 14 *ч* при непрерывном пропускании через испытуемое масло тока кислорода из баллона со скоростью 200 *мл* в минуту, контролируемой реометром.

Общая схема расположения установки для проведения опыта изображена на черт. 5.

9. По окончании испытания прибор вынимают из бани и охлаждают до температуры около 60° С. Затем после короткого перемешивания масла в приборе продуванием воздуха берут в измерительный цилиндр вместимостью 100 *мл* с притертой пробкой навеску окисленного масла 20—25 *г* с точностью до 0,01 *г* на определение содержания осадка и кислотного числа.

В случае необходимости определить число омыления окисленного масла берут дополнительно в коническую колбу навеску 2—4 *г* с точностью до 0,001 *г*.

Навеску масла в цилиндре разбавляют тройным объемом очищенного бензина (п. 2*а*) и оставляют стоять в темноте 12 *ч* при температуре 20±3° С для выделения осадка.

Примечания:

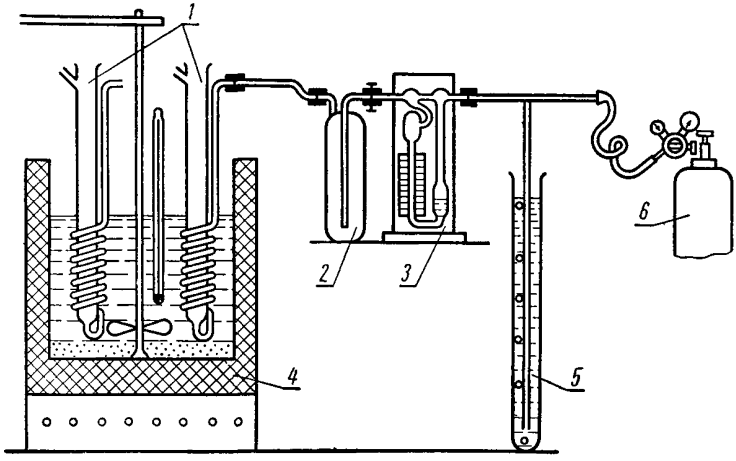
1. Для растворения и последующей промывки навески масла берут 150—200 *мл* очищенного бензина.

2. Взятие навески окисленного масла для определения кислотного числа, осадка и разбавление ее бензином производят непосредственно после ее окисления. Откладывание этих операций до следующего дня недопустимо.

10. Определение осадка. По истечении 12 *ч* содержимое цилиндра фильтруют через бумажный фильтр в измерительный

ный цилиндр вместимостью 250 *мл*. Осадок на фильтре тщательно промывают очищенным бензином, стекающим в этот же цилиндр. Затем осадок на фильтре растворяют свежеприготовленной горячей спирто-бензольной смесью, фильтруя раствор в тарированную коническую колбу вместимостью 50 *мл*.

Спирто-бензольную смесь отгоняют из конической колбы на водяной бане, а остаток сушат при 105±3° С до получения расхожде-



1 — приборы для окисления масел; *2* — ловушка; *3* — реометр; *4* — масляная баня с электрическим нагревом; *5* — водяной регулятор давления; *6* — баллон с кислородом

Черт. 5

ния между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 *г*.

Количество осадка в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G_1}{G} \cdot 100..., \qquad \text{(III)}$$

где:

G_1 — вес осадка в *г*;

G — навеска окисленного масла в *г*.

11. Определение кислотного числа. Для определения кислотного числа в коническую колбу вместимостью 250 *мл* берут 25 *мл* бензинового фильтрата, к которому присоединен бензин, служивший для промывания осадка (общий объем всего бензинового раствора должен быть предварительно точно измерен). К бензиновому раствору приливают 20—25 *мл* спирто-бензольной смеси, нейтрализованной 0,05 н раствором едкого кали в присутствии 1—2 капель раствора щелочного голубого.

Полученный раствор титруют 0,05 н спиртовым раствором едкого кали в присутствии нескольких капель раствора щелочного голубого. Если окисленное масло очень темного цвета, то количество спиртобензольной смеси, прибавленной при титровании, и количество индикатора следует увеличивать (до 18—20 капель раствора щелочного голубого для очень темных масел).

Кислотное число окисленного масла (K) в *мг* КОН на 1 *г* вычисляют по формуле:

$$K = \frac{V \cdot T \cdot m}{G} \ldots, \qquad \text{(IV)}$$

где:

V — объем 0,05 н раствора едкого кали, пошедший на титрование, в *мл*;

T — титр 0,05 н раствора едкого кали, выраженный в *мг*;

m — отношение объема всего бензинового раствора к объему, взятому для титрования;

G — навеска окисленного масла в *г*.

12. Расхождения между параллельными определениями осадка и кислотного числа окисленного масла не должны превышать $\pm 5\%$ среднего арифметического сравниваемых результатов.

13. Определение числа омыления проводят с индикатором щелочным голубым.

Замена

ГОСТ 215—57 введен взамен ГОСТ 215—41.
ГОСТ 949—57 введен взамен ГОСТ 949—41.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—51.
ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 3184—46 в части посуды из стекла марок 23 и 846 и в части посуды из стекла «Пирекс».
ГОСТ 443—56 введен взамен ГОСТ 443—50.
ГОСТ 2222—65 введен взамен ГОСТ 2222—54.
ГОСТ 859—66 введен взамен ГОСТ 859—41.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4203—65 введен взамен ГОСТ 4203—48.
ГОСТ 12026—66 введен взамен ГОСТ 7246—54 кроме п. 14, подпункта 4.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.

---

gost.e-ecolog.ru