МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ И КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.6:543.241.5:006.354 Группа Б09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения кислотности и кислотного числа

ГОСТ 5985—79

Petroleum products.
Method for determination of acidity and acid number

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на светлые нефтепродукты (этилированные и неэтилированные бензины, лигроины, керосины, дизельное топливо, топливо для реактивных двигателей), нелегированные масла, специальные масла и углеводородные пластичные смазки и устанавливает методы определения кислотности и кислотного числа.

Сущность метода заключается в титровании кислых соединений испытуемого продукта спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии цветного индикатора и определении для светлых нефтепродуктов кислотности, выраженной в мг KOH/100 $см^3$, для масел и смазок — кислотного числа, выраженного в мг KOH/г.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Колбы Кн-1—100—29/32 ТС, Кн-2—100—34 ТХС, Кн-2—100—22 ТХС, Кн-1—250—29/32 ТС, Кн-2—250—34, КГУ-2—1—1000—29/32 ТС, КГУ-2—2—1000—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Дефлегматор елочный длиной не менее 400 мм.

Холодильники ХТП-1—400—14/23, ХШ-1—400—29/32 ХС, ХШ-3—400 ТХС по ГОСТ 25336 или холодильник воздушный, или трубки стеклянные длиной 700—750 мм с внутренним диаметром 10—12 мм.

Цилиндры по ГОСТ 1770 типов 1—50; 1—100; 3—50; 3—100, 1—1000, 1—2000.

Бюретки по НТД типов 1—2—25; 3—2—25; 6—2—2; 6—2—5; 7—2—3; 7—2—10.

Пипетки 2—1—50, 2—3—50 по НТД.

Колбы 1—100—2, 2—100—2, 1—1000—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Стакан или чашка выпарительная по ГОСТ 9147.

Электроплитка с закрытой спиралью любого типа.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Воронка с обогревом.

Секундомер или часы песочные ЧПН-5.

Склянка (бутылка) из темного стекла или окрашенная в черный цвет.

Шпатель.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Капельница лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный или печь муфельная.

Весы лабораторные общего назначения с пределом взвешивания 200 г не ниже 2-го класса точности.

Весы технические.

Трубка хлоркальциевая.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Калия гидроокись, х. ч. или ч. д. а., 0,05 моль/$дм^3$ спиртовой титрованный раствор.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Кальций хлористый 2-водный по ТУ 6—09—5077 или кальций хлористый по ТУ 6—09—4711.

Натронная известь или аскарит.

Калий фталевокислый кислый (бифталат калия).

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

Бензол по ГОСТ 5955 или ГОСТ 9572.

Ксилол по ГОСТ 9410 или ГОСТ 9949.

Толуол по ГОСТ 14710 или ГОСТ 9880.

Щелочной голубой 6Б, готовят следующим образом: 0,8 г щелочного голубого 6Б растворяют в 1000 см^3 этилового спирта 96 %-ного, затем добавляют 1500 см^3 бензола до полного растворения индикатора. После добавления бензола смесь выдерживают в течение 12 ч, затем прозрачный раствор отфильтровывают.

Кислота соляная 0,1 моль/дм^3.

Допускается использовать стандартный раствор соляной кислоты, приготовленный из фиксанала.

Индикатор нитрозиновый желтый, 0,5 %-ный водный раствор.

Индикатор фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, 1 %-ный спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная pH 5,4—6,6.

Допускается применять реактивы, качество которых не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1а. Отбор проб проводят по ГОСТ 2517.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.1. Для приготовления титрованных растворов применяют свежеперегнанный этиловый спирт. Перегонку спирта осуществляют в колбе вместимостью 1000 см^3 с дефлегматором.

2.2. Приготовление 85 %-ного раствора этилового спирта.

2.2.1. Смешивают 89 см^3 этилового спирта и 11 см^3 дистиллированной воды.

2.3. Приготовление индикаторов

2.3.1. Для приготовления 0,5 %-ного водного раствора индикатора нитрозинового желтого 0,5 г индикатора растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

2.3.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.4. Для установления титра спиртового раствора гидроокиси калия применяют перекристаллизованный кислый фталевокислый калий (бифталат калия) или янтарную кислоту.

2.4.1. 70 г бифталата калия растворяют в 200 см^3 дистиллированной горячей воды. Перекристаллизацию ведут при температуре не ниже 25 °С, так как при более низкой температуре образуются кристаллы трифталата калия — более кислой соли. Полученные кристаллы сушат до постоянной массы при (105±5) °С.

2.4.2. 100 г янтарной кислоты растворяют при кипячении в 165 мл дистиллированной воды, раствор фильтруют через воронку с обогревом. После охлаждения раствора кристаллы отфильтровывают на отсасывающей воронке и снова перекристаллизовывают. Кристаллы высушивают при (105±5) °С до постоянной массы.

2.4.3. Перекристаллизованные бифталат калия и янтарную кислоту помещают в бюксы и хранят в эксикаторе. Перед каждым установлением титра бифталат калия и янтарную кислоту сушат 1 ч при (105±5) °С.

2.5. Приготовление 0,05 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия.

2.5.1. 3 г кристаллической гидроокиси калия взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 1000 см^3 этилового спирта. Полученный раствор тщательно перемешивают и выдерживают не менее 24 ч в темном месте.

Отстоявшийся прозрачный раствор отделяют от осадка декантацией в склянку для бюретки или в бутылку с пробкой из темного стекла или окрашенные в черный цвет.

Бюретка должна быть защищена трубкой с натронной известью или аскаритом.

2.5.2. Титр раствора гидроокиси калия устанавливают по бифталату калия.

Допускается при отсутствии бифталата калия устанавливать титр по янтарной кислоте.

2.5.3. В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 0,05—0,07 г бифталата калия или янтарной кислоты, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, и растворяют их в 50 см^3 свежепрокипяченной дистиллированной воды, добавляют 3—4 капли фенолфталеина и титруют

0,05 моль/дм^3 раствором гидроокиси калия при непрерывном перемешивании до появления розовой окраски.

Окраска должна быть устойчивой без перемешивания в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5.4. Титр раствора гидроокиси калия (T) в мг/см^3 вычисляют по формуле

$$T = \frac{56{,}11 \cdot m}{Э \cdot V_1} \cdot 100,$$

где 56,11 — эквивалентная масса гидроокиси калия, г;

m — масса бифталата калия или янтарной кислоты, г;

$Э$ — эквивалентная масса бифталата калия или янтарной кислоты, соответственно равная 204,23 и 59,04 г;

V_1 — объем 0,05 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование массы бифталата калия или янтарной кислоты, см^3.

За результат определения титра принимают среднеарифметическое значение не менее трех параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,03 мг.

Титр раствора проверяют не реже одного раза в две недели.

2.6. Подготовка образца

2.6.1. Пробу нефтепродукта тщательно перемешивают встряхиванием в течение 5 мин в склянке, заполненной не более чем на $^3/_4$ ее объема.

Вязкие и парафинистые нефтепродукты предварительно нагревают до 60 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.6.2. При испытании пластичных смазок с поверхности испытуемой смазки снимают и отбрасывают верхний слой. Затем в нескольких местах (не менее трех) отбирают пробы примерно в равных количествах на расстоянии не менее 5 мм от стенок сосуда, помещают в фарфоровую чашку и тщательно перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Для испытания светлых нефтепродуктов отбирают от 50 до 100 см^3 пробы. Массу пробы для испытания масел определяют согласно табл. 1.

Таблица 1

Кислотное число, мг КОН/г	Масса пробы, г
До 0,2	20 ± 2
Св. 0,2 » 0,5	10 ± 2
» 0,5 » 1,0	5,0 ± 0,5
» 1,0	2,0 ± 0,5

При испытании пластичных смазок в коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают 5—8 г испытуемого продукта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г.

3.2. В другую коническую колбу наливают 50 см^3 85 %-ного этилового спирта и кипятят с обратным холодильником водяным или воздушным в течение 5 мин. В прокипяченный спирт добавляют 8—10 капель (0,25 см^3) индикатора нитрозинового желтого и нейтрализуют в горячем состоянии при непрерывном перемешивании 0,05 н. спиртовым раствором гидроокиси калия до первого изменения желтой окраски в зеленую.

3.3. Определение кислотности

В колбу с нейтрализованным горячим спиртом приливают испытуемую пробу и кипятят в течение 5 мин (точно) с обратным холодильником при постоянном перемешивании.

Если содержимое колбы после кипячения все еще сохраняет зеленую окраску, испытание прекращают и считают, что кислотность испытуемой пробы отсутствует.

В случае изменения окраски смесь в горячем состоянии титруют спиртовым раствором гидроокиси калия при непрерывном интенсивном перемешивании до изменения желтой (или желтой с оттенками) окраски спиртового слоя или смеси в зеленую (или зеленую с оттенками). Окраска должна быть устойчивой без перемешивания в течение 30 с.

Титрование проводят в горячем состоянии быстро во избежание влияния углекислого газа, содержащегося в воздухе.

3.4. Определение кислотного числа

В коническую колбу помещают пробу испытуемого продукта в количестве, указанном в п. 3.1. Добавляют при взбалтывании не менее 40 см^3 щелочного голубого 6Б до полного растворения пробы. Затем содержимое колбы титруют при легком взбалтывании спиртовым раствором гидроокиси калия до изменения голубой окраски на красную или голубого оттенка на красный.

Параллельно проводят контрольный опыт без испытуемой пробы, применяя то же количество раствора щелочного голубого 6Б.

В случае плохого растворения пробы содержимое колбы кипятят с обратным холодильником в течение 5 мин при постоянном перемешивании.

При испытании смазки продолжительность кипячения увеличивают на 5 мин после полного ее растворения.

Допускается проводить определение кислотного числа следующим образом: нейтрализованный горячий спирт, подготовленный как указано в п. 3.2, приливают в колбу с испытуемым продуктом. Содержимое колбы кипятят с обратным холодильником в течение 5 мин при постоянном перемешивании. Смесь в горячем состоянии титруют спиртовым раствором гидроокиси калия, как указано в п. 3.3.

При наличии в смеси зеленой (или зеленой с оттенками) окраски титрование раствором гидроокиси калия не производят. В этом случае органические кислоты в испытуемом нефтепродукте отсутствуют.

При разногласиях в оценке качества нефтепродуктов определение кислотного числа проводят с применением индикатора щелочного голубого 6Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. **(Исключен, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Кислотность испытуемого нефтепродукта (K) в мг КОН на 100 см^3 вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2 \cdot T \cdot 100}{V_0},$$

где V_2 — объем 0,05 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр 0,05 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия, мг/см^3;

V_0 — объем испытуемой пробы, см^3;

100 — фактор пересчета на 100 см^3 продукта.

4.2. Кислотное число испытуемой пробы (K_1) в мг КОН/г при использовании в качестве индикатора щелочного голубого вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{(V_3 - V_4) \cdot T}{m_1},$$

где V_3 — объем 0,05 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см^3;

V_4 — объем 0,05 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на контрольный опыт, см^3;

T — титр 0,05 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия, мг/см^3;

m_1 — масса пробы, г.

Кислотное число испытуемой пробы (K_2) в мг КОН/г при использовании в качестве индикатора нитрозинового желтого вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V_3 \cdot T}{m_1},$$

где V_3 — объем 0,05 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр 0,05 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия, мг/см^3;

m_1 — масса пробы, г.

4.1—4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4.3.1. Два результата определений, полученные одним лаборантом, признаются достоверными при доверительной вероятности 0,95 %, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2, 3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2. Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными при доверительной вероятности 95 %, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2 и 3.

Таблица 2

Кислотность, мг КОН/см^3	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,5	0,08	0,20
Св. 0,5—1,0	0,10	0,25
« 1,0	0,20	—

Таблица 3

Кислотностное число, мг КОН/г	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,5	0,06	0,10
Св. 0,5—1,0	0,10	0,20
« 1,0	0,20	0,40

Результаты испытания округляют до второго десятичного знака.

4.3.1—4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и химической промышленности**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартизации от 30.03.79 № 1167**

3. **Срок проверки — 1997 г.**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 5985—59**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 2517—85	2
ГОСТ 4919.1—77	1
ГОСТ 5955—75	1
ГОСТ 6341—75	1
ГОСТ 9147—80	1
ГОСТ 9410—78	1
ГОСТ 9572—93	1
ГОСТ 9880—76	1
ГОСТ 9949—76	1
ГОСТ 14710—78	1
ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 25336—82	1
ТУ 6—09—4711—81	1
ТУ 6—09—5077—83	1
ТУ 6—09—5360—88	1

6. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 28.12.91 № 2259**

7. **ИЗДАНИЕ (июнь 2009 г.) с Изменениями 1, 2, утвержденными в апреле 1984 г., декабре 1991 г. (ИУС 8—84, 4—92)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 29.07.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,66. Тираж 53 экз. Зак. 450.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru