Группа Б19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ СВЕТЛЫЕ

Методы определения йодных чисел и содержания непредельных углеводородов

ГОСТ 2070—82

Light petroleum products. Methods for determination of iodine numbers and content of unsaturated hydrocarbons

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает два метода (А и Б) определения йодных чисел и массовой доли непредельных углеводородов в бензинах, топливах для реактивных двигателей, дизельных топливах и других светлых нефтепродуктах.

Сущность методов заключается в обработке испытуемого нефтепродукта спиртовым раствором йода, оттитровывании свободного йода раствором тиосульфата натрия и определении йодного числа в граммах йода, присоединяющегося к 100 г нефтепродукта.

Массовую долю непредельных углеводородов определяют по йодному числу и средней молекулярной массе испытуемого нефтепродукта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. МЕТОД А

1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Стаканчики для взвешивания (бюксы) внешним диаметром 10 мм, высотой 15 мм, с притертой пробкой. Вместо стаканчиков используют стеклянные ампулы вместимостью от 0,5 до 1 см^2 с оттянутыми в капилляр концами.

Капельницы с притертой пробкой по ГОСТ 25336.

Пипетки по ГОСТ 29227

исполнений 4, 5 вместимостью 1, 2 см^3;

исполнений 6, 7 вместимостью 5 см^3.

Колбы с притертой пробкой по ГОСТ 25336, вместимостью 250, 500 см^3.

Цилиндры по ГОСТ 1770, исполнений 1 и 3, вместимостью 25 и 250 см^3.

Бюретки 1—2—25 и 1—2—50 по ГОСТ 29251.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч или ч. д. а., 20 %-ный раствор.

Йод квалификации не ниже ч. д. а.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,5 %-ный водный раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., раствор 1:3.

Вода дистиллированная, pH 5,4—6,6.

Калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Допускается применять реактивы и растворители по другой НД квалификации не ниже указанной в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1.2. Подготовка к испытанию

1.2.1. *Подготовка проб*

Отбор проб производят по ГОСТ 2517.

Нефтепродукт, содержащий влагу, фильтруют или высушивают осушающим веществом.

1.2.2. *Приготовление спиртового раствора йода*

20,0 г металлического йода растворяют в 1000 см^3 этилового спирта.

1.2.3. *Определение фактора раствора тиосульфата натрия*

В конической колбе вместимостью 250 см^3 взвешивают от 0,08 до 0,10 г перекристаллизованного бихромата калия с погрешностью не более 0,0002 г. Добавляют 80 см^3 дистиллированной воды до растворения и быстро добавляют еще 10 см^3 20 %-ного раствора йодистого калия и 5 см^3 разбавленной серной кислоты. Закрывают колбу, хорошо встряхивают и ставят в темное место на 5 мин.

Пробку и стенки колбы промывают водой и титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Фактор раствора тиосульфата натрия вычисляют по формуле

$$F = \frac{m}{0{,}0049037} \cdot V,$$

где m — масса бихромата калия, г;

0,0049037 — масса бихромата калия, эквивалентная 1 см^3 раствора точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) тиосульфата натрия, г;

V — объем тиосульфата, израсходованный на титрование, см^3.

Фактор раствора тиосульфата натрия проверяют не менее одного раза в месяц.

1.3. Проведение испытания

1.3.1. Взвешивают в стаканчиках необходимое количество нефтепродукта с погрешностью не более 0,0004 г в зависимости от предполагаемого йодного числа, как указано в табл. 1.

Таблица 1

Йодное число, г йода на 100 г нефтепродукта	Масса нефтепродукта, г
До 5,0	От 2,0 до 4,0
Св. 5,0 » 10	» 1,0 » 2,0
» 10	» 0,2 » 0.4

При взятии массы нефтепродукта с помощью ампулы ее взвешивают и нагревают над пламенем горелки или спиртовки. Кончик капилляра нагретой ампулы быстро погружают в испытуемый нефтепродукт, налитый в стаканчик для взвешивания, а шарик ампулы, в случае необходимости, охлаждают льдом или сухим льдом. После заполнения осторожно запаивают кончик капилляра ампулы и снова взвешивают.

Для взятия массы нефтепродукта при помощи капельницы его наливают в капельницу и взвешивают. В коническую колбу наливают 15 см^3 этилового спирта и из капельницы отсчитывают 13—15 капель нефтепродукта. Капельницу снова взвешивают и по разности определяют массу нефтепродукта.

При отсутствии стаканчиков, ампулы или капельницы необходимое количество испытуемого продукта отбирают при помощи пипетки.

При этом предварительно определяют плотность нефтепродукта при температуре испытания и вычисляют массу умножением взятого объема нефтепродукта на его плотность.

1.3.2. Наливают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой 15 см^3 этилового спирта и опускают туда стаканчик с нефтепродуктом, слегка приоткрывая крышку стаканчика.

Если масса нефтепродукта взята в ампуле, то в коническую колбу наливают 5 см^3 этилового спирта, разбивают в нем стеклянной палочкой ампулу, следя за тем, чтобы капилляр при этом был измельчен, и обмывают палочку и стенки колбы 10 см^3 этилового спирта.

При анализе дизельных топлив и топлива Т-6 массу топлива вносят в колбу с 15 см^3 ацетона.

Из бюретки добавляют 25 см^3 спиртового раствора йода, плотно закрывают колбу пробкой, предварительно смоченной раствором йодистого калия, осторожно встряхивают колбу. Прибавляют 150 см^3 дистиллированной воды, быстро закрывают колбу пробкой, содержимое колбы встряхивают в течение 5 мин и оставляют в темноте еще на 5 мин. Обмывают пробку и стенки колбы небольшим

количеством дистиллированной воды. Добавляют 20—25 см³ раствора йодистого калия и титруют раствором тиосульфата натрия. Когда жидкость в колбе примет светло-желтый цвет, прибавляют от 1 до 2 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.3. Для вычисления йодного числа проводят контрольный опыт, как указано в п. 1.3.2, но без нефтепродукта.

1.4. Обработка результатов

1.4.1. Йодное число (X) испытуемого нефтепродукта, г йода на 100 г нефтепродукта, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot F \cdot 0{,}01269}{m} \cdot 100 ,$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование испытуемого нефтепродукта, см³;

F — фактор раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/дм³;

0,01269 — количество йода, эквивалентное 1 см³ раствора тиосульфата натрия точно 0,1 моль/дм³;

m — масса испытуемого нефтепродукта, г.

За результат определения йодного числа испытуемого нефтепродукта принимают среднеарифметическое значение двух последовательных определений, округляя его до первого десятичного знака.

1.4.2. *Сходимость*

Два результата определений, полученные в одинаковых условиях одним исполнителем на одной и той же аппаратуре и пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 10 % от величины меньшего результата.

1.4.3. *Воспроизводимость*

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях на одной и той же пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 20 % от величины меньшего результата.

1.4.2, 1.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1.4.4. Массовую долю непредельных углеводородов (X_1) в нефтепродукте вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot M}{254} ,$$

где X — йодное число нефтепродукта, г йода на 100 г нефтепродукта;

M — средняя молекулярная масса непредельных углеводородов анализируемого нефтепродукта (см. приложение);

254 — молекулярная масса йода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4.5. Расхождение результатов двух последовательных определений массовой доли непредельных углеводородов не должно превышать 0,3 %.

2. МЕТОД Б

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы, указанные в п. 1.1.

Хлороформ фармакопейный.

Ртуть (II) хлорная (сулема), ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. *Приготовление раствора йода*

25 г йода растворяют в 500 см³ этилового спирта. Отдельно растворяют 30 г хлорной ртути (яд!) в 500 см³ этилового спирта. Оба раствора фильтруют, смешивают в склянке и прибавляют 50 см³ соляной кислоты. Растворы хранят в темном месте. Раствор остается стабильным в течение 15 дней.

Допускается приготовление меньшего объема раствора йода с пропорциональным уменьшением массы реактивов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение испытания

2.3.1. Взвешивают необходимое количество нефтепродукта с погрешностью не более 0,0004 г в зависимости от предполагаемого йодного числа, как указано в табл. 2.

Таблица 2

Йодное число, г йода на 100 г нефтепродукта	Масса нефтепродукта, г
До 1,0	От 5,0 до 10,0
Св. 1,0 » 5,0	» 1,0 » 5,0
» 5,0	» 0,5 » 1,0

2.3.2. В две колбы вместимостью 500 см^3 наливают по 10 см^3 хлороформа в каждую. В одну из них помещают массу нефтепродукта. Вторая колба служит для контрольного опыта, но без нефтепродукта. В обе колбы с помощью пипетки с одинаковой скоростью по каплям добавляют по 10 см^3 раствора йода. Колбы быстро закрывают притертыми пробками, предварительно смоченными раствором йодистого калия, и осторожно встряхивают. Обе колбы оставляют в темном месте на 1 ч, после чего добавляют 20 см^3 раствора йодистого калия и 150 см^3 дистиллированной воды, обмывая пробку и стенки колбы.

Титруют раствором тиосульфата натрия 0,1 моль/дм^3 (0,10 н).

Когда растворы в колбах примут светло-желтый цвет, прибавляют от 1 до 2 см^3 раствора крахмала и титруют до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Йодное число вычисляют по п. 1.4.1.

За результат определения йодного числа испытуемого нефтепродукта принимают среднеарифметическое значение двух последовательных определений, округляя его до второго десятичного знака.

2.4.2. *Сходимость*

Два результата определений, полученных в одинаковых условиях одним исполнителем на одной и той же аппаратуре и пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 15 % от величины меньшего результата.

2.4.3. *Воспроизводимость*

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях на одной и той же пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает ± 0,03 г йода на 100 г нефтепродукта от среднего результата.

2.4.2, 2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

В.М. Школьников, канд. техн. наук; **В.В. Булатников,** канд. техн. наук; **Н.П. Соснина,** канд. техн. наук; **Л.Г. Нехамкина,** канд. химич. наук; **Н.П. Изотова,** канд. техн. наук; **Л.А. Садовникова,** канд. техн. наук; **Е.И. Малышева, В.Д. Милованов,** канд. техн. наук; **Н.М. Королева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.07.82 № 2755**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 2070—55**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 2177—99	Приложение
ГОСТ 2517—85	1.2.1
ГОСТ 2603—79	1.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4204—77	1.1
ГОСТ 4220—75	1.1
ГОСТ 4232—74	1.1
ГОСТ 4919.1—77	1.1
ГОСТ 10163—76	1.1
ГОСТ 18300—87	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 27068—86	1.1
ГОСТ 29227—91	1.1
ГОСТ 29251—91	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, утвержденными в декабре 1987 г., ноябре 1994 г. (ИУС 3—88, 2—95)**

gost.e-ecolog.ru