Издание официальное

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Нефтепродукты МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ И КИСЛОТНОГО ЧИСЛА ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ СПОСОБОМ	ГОСТ 1784—47 Взамен ГОСТ 1784—42 Группа Б09

Настоящий стандарт распространяется на метод определения кислотности и кислотного числа нефтепродуктов потенциометрическим способом.

Кислотностью нефтепродукта называется количество кислоты в 100 *мл* нефтепродукта, выраженное в миллиграммах КОН.

Кислотным числом нефтепродукта называется количество кислоты в 1 *г* нефтепродукта, выраженное в миллиграммах КОН.

Метод заключается в растворении испытуемого нефтепродукта в спирто-бензольной смеси и титровании полученного раствора едким кали потенциометрическим способом.

I. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. При проведении определения применяется следующая специальная аппаратура:

а) прибор для установления минимальной концентрации свободных водородных ионов (черт. 1), состоящий из элемента *1*, ключа *2* телеграфного типа, сопротивления *3*, гальванометра зеркального *4* с ценой деления $3 \cdot 10^{-9}$—$10 \cdot 10^{-9}$ *А**,

б) микробюретка по ГОСТ 1770—64 вместимостью 2 *мл*.

2. Элемент (черт. 2) состоит из следующих частей:

а) полуэлемента сравнения *1*, представляющего собой стеклянный электродный сосуд с двумя трубками *А* и *В* с притертыми одноходовыми кранами *С* и *D* и платиновым электродом *Е*; электрод состоит из стеклянной трубки, служащей притертой пробкой для электродного сосуда, в нижний конец которой впаяна платиновая проволока диаметром около 1 *мм*; нижний конец платиновой проволоки выступает из стеклянной трубки на 5—7 *мм*; к верхнему концу ее припаян медный звонковый изолированный провод;

* В качестве прибора для установления минимальной концентрации свободных водородных ионов может быть использован потенциометр с заполнением полуэлемента по п. 5, а соединительного сосуда — по п. 6 настоящего стандарта.

Внесен Министерством нефтяной промышленности южных и западных районов СССР и Главным управлением по снабжению народного хозяйства нефтепродуктами при Совете Министров СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 8/IX 1947 г.	Срок введения 1/XII 1947 г.

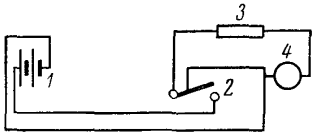
Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

б) соединительного сосуда *2*, в который на шлифах вставляются трубки *B* и *H*;

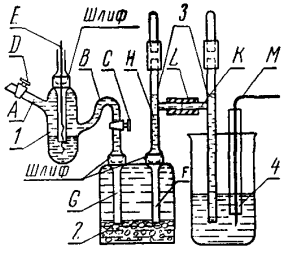
в) соединительной трубки *3* представляющей собой два тройника *H* и *K*, соединенные каучуковой трубкой *L*; на верхние концы соединительной трубки надеты отрезки каучуковых трубок с вставленными в них стеклянными палочками;

г) испытательного полуэлемента *4*, представляющего собой химический стакан по ГОСТ 10394—63, вместимостью 50—150 *мл*, в который погружены колено *K* соединительной трубки и платиновый электрод *M*.

3. Сопротивление *3* подбирают



Черт. 1



Черт. 2

таким образом, чтобы оно равнялось критическому сопротивлению гальванометра или несколько превышало его.

4. Для анализа необходимы следующие реактивы:

а) ртуть по ГОСТ 4658—49 марки Р2 или Р3;

б) окись ртути;

в) натр едкий по ГОСТ 4328—66 «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,2 н водный раствор;

г) калий хлористый по ГОСТ 4234—65, «х. ч.» или «ч. д. а.», кристаллический и насыщенный водный раствор;

д) хингидрон, для приготовления которого растворяют 100 *г* железоаммонийных квасцов по ГОСТ 4205—48 в 300 *мл* дистиллированной воды при 65° С; полученный раствор вливают в теплый раствор 25 *г* гидрохинона в 300 *мл* дистиллированной воды; хингидрон выпадает в виде тонких темных игл; смесь охлаждают льдом, фильтруют с разрежением и осадок промывают 3—4 раза дистиллированной водой;

е) спирто-бензольная смесь, для приготовления которой смешивают в отношении 1 : 1 по объему бензол чистый каменноугольный по ГОСТ 8448—61 или нефтяной и спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67;

ж) кали едкое, 0,05 н титрованный раствор, для приготовления которого едкое кали по ГОСТ 4203—65 растворяют в этиловом спирте и устанавливают титр раствора потенциометрически по бензойной кислоте; для этого точную навеску бензойной кислоты в количестве

0,015—0,02 *г* растворяют в 35 *мл* спиртобензольной смеси, вводят в раствор 0,005—0,01 *г* хингидрона и титруют по п. 10 настоящего стандарта приготовленным раствором едкого кали; титр раствора едкого кали, выраженный в миллиграммах (T), вычисляют по формуле:

$$T = \frac{56{,}1 \cdot g}{122{,}12\,(V - V_1)},$$

где:

56,1 — молекулярный вес едкого кали;

g — навеска бензойной кислоты, взятая для титрования, в *мг*;

122,12 — молекулярный вес бензойной кислоты;

V — объем раствора едкого кали, пошедшего на титрование раствора бензойной кислоты, в *мл*;

V_1 — объем раствора едкого кали, пошедшего на титрование растворителя, в *мл*.

II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

5. Берут в колбу 10—15 *г* окиси ртути и 75—100 *мл* 0,2 н раствора едкого натра, закрывают колбу пробкой и тщательно взбалтывают не менее одного часа для насыщения раствора окисью ртути.

На дно электродного сосуда *1* наливают слой чистой сухой ртути толщиной около 1 *см* и вставляют электрод *Е* так, чтобы весь выступающий из стеклянной трубки конец платиновой проволоки был полностью погружен в ртуть. Затем, открыв оба крана электродного сосуда, погружают трубку *В* в 0,2 н раствор едкого натра, взмученный и насыщенный окисью ртути, и засасывают в электродный сосуд такое количество этого раствора, чтобы над ртутью образовался слой окиси ртути толщиной около 1 *см*. Избыток взмученного раствора удаляют и заполняют электродный сосуд, держа его в вертикальном положении, отстоявшимся раствором едкого натра, после чего краны *С* и *D* закрывают и держат их закрытыми постоянно.

6. В соединительный сосуд *2* наливают насыщенный раствор хлористого калия (с избытком кристаллической соли на дне сосуда) и соединяют его с электродным сосудом с помощью трубки *В*, которая должна плотно входить в шейку соединительного сосуда.

Электродный сосуд укрепляют в держателе штатива.

7. Наполняют соединительную трубку *3* насыщенным раствором хлористого калия и вставляют колено *Н* во вторую шейку соединительного сосуда.

Нижний конец тройника *К* соединительной трубки плотно заполняют фильтровальной бумагой так, чтобы образовалась пробка длиной 20—25 *мм*. До начала испытания этот конец соединительной

трубки находится в стакане с насыщенным раствором хлористого калия.

8. Наружные поверхности кранов и шлифов покрывают тонким слоем вазелина и соединяют все части элемента.

III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

9. В химический стакан *4* соответствующей вместимости наливают 20 *мл* испытуемого нефтепродукта и 100 *мл* спиртобензольной смеси (при определении кислотности) или 2,0—2,5 *г* испытуемого нефтепродукта, отвешенного с точностью до 0,0002 *г*, и 35—40 *мл* спиртобензольной смеси (при определении кислотного числа), тщательно перемешивают * и добавляют 0,005—0,01 *г* хингидрона.

Конец трубки *К* ополаскивают спирто-бензольной смесью и опускают в стакан *4*. Туда же опускают платиновый электрод *М*, промытый спирто-бензольной смесью, просушенный фильтровальной бумагой и слегка прокаленный в пламени спиртовой горелки. Соединяют электроды по схеме черт. 1.

10. К испытуемому раствору в стакане *4* постепенно прибавляют из микробюретки 0,05 н раствор едкого кали. После каждой введенной порции раствора едкого кали испытуемый раствор тщательно перемешивают, вращая стакан *4* рукой, и кратковременно замыкают электрическую цепь ключом *2* для наблюдения за поведением «зайчика» на шкале гальванометра.

Раствор едкого кали добавляют до тех пор, пока после перемешивания испытуемого раствора и последующего кратковременного замыкания электрической цепи «зайчик» на шкале гальванометра не начнет слегка отклоняться в обратную сторону.

Параллельно с этим проводят контрольное титрование такого же количества растворителя в тех же условиях.

11. Кислотность испытуемого нефтепродукта в миллиграммах КОН на 100 *мл* (*X*) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V - V_1)\,T \cdot 100}{20} = 5\,(V - V_1) \cdot T,$$

где:

V — объем раствора едкого кали, пошедшего на титрование испытуемого раствора, в *мл*;

---

* На точность определения влияет состояние испытуемого раствора перед титрованием. Раствор должен представлять однородную смесь (гомогенный раствор). Для масел это достигается или уменьшением навески масла (в пределах до 1,5 *г* вместо 2,0—2,5 *г*), или увеличением количества растворителя (50 *мл* вместо 35—40 *мл*), или увеличением процентного содержания бензола в растворителе.

Образование осадка в растворе допустимо только при наличии механических примесей в случае испытания отработанного масла.

V_1 — объем раствора едкого кали, пошедшего на титрование растворителя, в *мл*;
T — титр раствора едкого кали, выраженный в *мг*;
20 — объем испытуемого нефтепродукта, взятого на титрование, в *мл*.

12. Кислотное число испытуемого нефтепродукта в миллиграммах КОН на 1 *г* (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot T}{G},$$

где:
V — объем раствора едкого кали, пошедшего на титрование испытуемого раствора, в *мл*;
V_1 — объем раствора едкого кали, пошедшего на титрование растворителя, в *мл*;
T — титр раствора едкого кали, выраженный в *мг*;
G — навеска испытуемого нефтепродукта в *г*.

IV. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

13. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать следующие величины:
при кислотном числе до 0,1 *мг* не более 0,02 *мг*;
при кислотном числе от 0,1 до 1 *мг* не более 0,05 *мг*;
при кислотном числе более 1 *мг* не более 0,1 *мг*;
при кислотности до 2 *мг* не более 0,2 *мг*;
при кислотности более 2 *мг* не более 0,3 *мг*.

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—42.
ГОСТ 4658—49 введен взамен ОСТ ЦМ 33—40.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ОСТ 17375—40.
ГОСТ 4234—65 введен взамен ОСТ 4568.
ГОСТ 4205—48 введен взамен ОСТ 2904.
ГОСТ 8448—61 введен взамен ОСТ 10463—39.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ОСТ НКПП 278.
ГОСТ 4203—65 введен взамен ОСТ 17374—40.
ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 3184—46 в части посуды из стекла «Пирекс» и в части посуды из стекла марок 23 и 846.
