



НЕФТЕПРОДУКТЫ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ЧАСТЬ 1





ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Часть I

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ

Москва

1987

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

НЕФТЕПРОДУКТЫ ТЕМНЫЕ**Определение содержания ванадия
методом колориметрирования**

Dark-coloured petroleum products. Colorimetric method for the determination of vanadium content

ГОСТ
10364—63

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР 1 февраля 1963 г. Срок введения установлен

с 01.07.63

Постановлением Госстандарта от 29.05.86 № 1343
срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Метод предназначен для определения содержания ванадия (в количестве от 0,0003 до 0,02%) в тяжелых дистиллятных и остаточных топливах. Основан метод на колориметрировании эталонного раствора и раствора фосфорно-вольфрамово-ванадиевого комплекса, образовавшегося после озоления испытуемого топлива и обработки золы соляной и фосфорной кислотами и вольфрамом натрия.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на топлива.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении испытания применяют следующую аппаратуру, реактивы и материалы.

Фотоэлектрический калориметр ФЭК-М.

Электрический муфель или тигельная печь с терморегулятором, обеспечивающие нагрев до 800° С.

Платиновые чашки диаметром 80—110 мм.

Меры вместимости стеклянные по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74: колбы мерные вместимостью 25; 50; 100 и 1000 см³; бюретки вместимостью 25 см³; пипетки вместимостью 0,5; 1; 2; 5 и 10 см³.

Стакан стеклянный вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336—82.

Капельница.

Воронка диаметром 55—60 мм.

Промывалка.

Лакмусовая бумага.

Фильтровальная бумага.

Пятиокись ванадия х. ч. или ч. д. а.

Гидроокись натрия по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а., 2 н раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а., 4 н раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, х. ч. или ч. д. а.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, х. ч. или ч. д. а.

Вольфрамат натрия, 5%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 1:1.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Приготовление эталонного раствора фосфорно-вольфрамово-ванадиевого комплекса. Предварительно готовят раствор пятиокиси ванадия. Раствор пятиокиси ванадия может применяться в течение одного месяца. Хранят раствор в темном месте.

Для приготовления раствора пятиокиси ванадия в стаканчик вместимостью 50 мл берут с точностью до 0,0002 г навеску 0,1785 г пятиокиси ванадия, предварительно прокаленного в платиновой чашке при температуре 500—550°С в течение 2 ч. Добавляют в стаканчик 1—1,5 см³ 2 н раствора едкого натра и нейтрализуют раствор в присутствии лакмусовой бумаги (с небольшим избытком) 0,5—0,7 см³ 4 н серной кислоты. Раствор из стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и добавляют в колбу до метки дистиллированную воду. В полученном растворе содержится 0,1 мг/см³ ванадия. Растворение навески, нейтрализацию раствора и перенесение его в мерную колбу производят по возможности быстро.

Для приготовления эталонного раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³ берут с точностью до 0,01 г навеску 0,5 г безводного углекислого натрия, растворяют ее в 10—15 см³ дистиллированной воды и пипеткой добавляют в колбу 2 см³ раствора пятиокиси ванадия (содержащего 0,1 мг/см³ ванадия). Раствор нейтрализуют в присутствии лакмусовой бумаги с избытком в две капли 4 н серной кислотой, добавляют четыре капли фосфорной кислоты и 0,5 см³ 5%-ного раствора вольфрамата натрия, после чего дистиллированной водой доводят объем раствора в колбе до метки. Раствор колориметрируют через 1 ч после приготовления.

3. Приготовление раствора фосфорно-вольфрамово-ванадиевого комплекса из испытуемого топлива. В платиновую чашку диаметром 80—110 мм берут

с точностью до 0,01 г навеску 2—5 г испытуемого топлива; при содержании в топливе ванадия менее 0,001% величину навески увеличивают до 25—30 г. Навеску топлива сжигают в соответствии с методом, принятым ГОСТ 1461—75. Затем платиновую чашку с золой помещают в муфель при температуре 200°С, в течение 2—3 ч поднимают температуру до $550 \pm 20^\circ\text{C}$ и выдерживают чашку с золой при этой температуре 1 ч. После охлаждения до комнатной температуры в чашку добавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и подогревают ее содержимое до растворения осадка. Полученный раствор упаривают до объема 2—3 см³ и добавляют к нему 0,5 г безводного углекислого натрия, затем чашку помещают на 2—3 мин в муфель, нагретый до $800 \pm 10^\circ\text{C}$. После охлаждения до комнатной температуры сплав в чашке растворяют в 10 см³ дистиллированной воды. Полученный раствор дважды фильтруют через один и тот же фильтр в мерную колбу вместимостью 25 см³ — при содержании в топливе ванадия менее 0,001% и вместимостью 50 или 100 см³ — при большем содержании ванадия.

Фильтр с осадком промывают небольшими порциями дистиллированной воды до нейтральной реакции по фенолфталеину, промывные воды присоединяют к фильтрату в мерной колбе.

Раствор в колбе нейтрализуют в присутствии лакмусовой бумаги с избытком в две капли 4 н серной кислоты. В случае появления пузырьков углекислого газа их удаляют осторожным встряхиванием колбы. Затем в колбу добавляют четыре капли фосфорной кислоты и 0,5 см³ 5%-ного раствора вольфрамата натрия и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки. Через 1 ч после приготовления раствор колориметрируют.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Исследуемый и эталонный растворы колориметрируют на фотоэлектрическом колориметре ФЭК-М. Колориметрирование производят в соответствии с инструкцией по пользованию прибором. При измерении оптической плотности применяют кюветы с рабочей длиной 50 мм и синие светофильтры.

Для текущих анализов содержание ванадия в топливах допускается определять по построенной в соответствии с инструкцией по пользованию прибором ФЭК-М градуировочной кривой зависимости оптических плотностей эталонных растворов фосфорновольфраматно-ванадиевого комплекса от концентрации в них ванадия, выраженной в мг/см³; для арбитражных анализов определение содержания ванадия производят сравнением оптических плотностей испытуемого раствора и эталонного раствора, приготовленного за 1 ч до колориметрирования испытуемого раствора.

5. Оптические плотности растворов измеряют не менее трех раз.

За результат принимают среднее арифметическое трех измерений. Расхождения между результатами измерений оптической плотности не должны быть более 0,02.

Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

6. Содержание ванадия в испытуемом топливе, выраженное в процентах (X), вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,1 \cdot 2 \cdot V \cdot D_2}{50 \cdot D_1 \cdot m} \cdot 100,$$

где 0,1 — содержание ванадия в растворе пятиоксида ванадия, мг/см³;

2 — количество раствора пятиоксида ванадия, затраченное на приготовление эталонного раствора фосфорно-вольфрамово-ванадиевого комплекса, см³;

50 — объем приготовленного эталонного раствора, см³;

V — объем раствора фосфорно-вольфрамово-ванадиевого комплекса, полученного из испытуемого топлива, см³;

D_1 — оптическая плотность эталонного раствора;

D_2 — оптическая плотность испытуемого раствора;

m — навеска испытуемого топлива, мг.

7. Содержание ванадия в испытуемом топливе в процентах (X_1) при определении графическим методом вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где a — концентрация ванадия, соответствующая оптической плотности испытуемого раствора, определенная по графику зависимости оптической плотности эталонных растворов фосфорно-вольфрамово-ванадиевого комплекса от концентрации в них ванадия, мг/см³;

V — объем раствора фосфорно-вольфрамово-ванадиевого комплекса, полученного из испытуемого топлива, см³;

m — навеска испытуемого топлива, мг.

8. За результат определения содержания ванадия в испытуемом топливе принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Расхождения между параллельными определениями не должны превышать 5% от среднего арифметического.

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. Дизелькометрический 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 ЦНГ	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. Бобарькин*
Технический редактор *Г. А. Терebinкина*
Корректор *А. П. Якуничкина*

Сдано в наб. 28.10.86. Подп. в печ. 13.05.87. Формат 60×90¹/₁₆. 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 издательства,
полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12