

中华人民共和国国家标准

石油产品水溶性酸及碱测定法

Petroleum products—Determination of water-soluble acids and alkalis

UDC 665.52
:543.06

GB 259—88

代替 GB 259—77

本方法适用于测定液体石油产品、添加剂、润滑脂、石蜡、地蜡及含蜡组分的水溶性酸或水溶性碱。

1 方法概要

用蒸馏水或乙醇水溶液抽提试样中的水溶性酸或碱,然后,分别用甲基橙或酚酞指示剂检查抽出液颜色的变化情况,或用酸度计测定抽提物的 pH 值,以判断有无水溶性酸或碱的存在。

2 仪器

- 2.1 分液漏斗:250或500 mL。
- 2.2 试管:直径为15~20 mm,高度为140~150 mm,用无色玻璃制成。
- 2.3 漏斗:普通玻璃漏斗。
- 2.4 量筒:25,50和100 mL。
- 2.5 锥形烧瓶:100和250 mL。
- 2.6 瓷蒸发皿。
- 2.7 电热板及水浴。
- 2.8 酸度计:具有玻璃-氯化银电极(或玻璃-甘汞电极),精度为 $\text{pH} \leq 0.01\text{pH}$ 。

3 试剂与材料

3.1 试剂

- 3.1.1 甲基橙:配成0.02%甲基橙水溶液。
- 3.1.2 酚酞:配成1%酚酞乙醇溶液。
- 3.1.3 95%乙醇:分析纯。

3.2 材料

- 3.2.1 滤纸:工业滤纸。
- 3.2.2 溶剂油:符合 GB 1922《溶剂油》中 NY-120规定。
- 3.2.3 蒸馏水:符合 GB 6682《实验室用水规格》中三级水规定。

4 准备工作

4.1 试样的准备:

- 4.1.1 将试样置入玻璃瓶中,不超过其容积的四分之三,摇动5 min。粘稠的或石蜡试样应预先加热至50~60°C再摇动。
 - 4.1.2 当试样为润滑脂时,用刮刀将试样的表层(3~5 mm)刮掉,然后,至少在不靠近容器壁的三处,取约等量的试样置入瓷蒸发皿,并小心地用玻璃棒搅匀。
- 4.2 95%乙醇必须用甲基橙和酚酞指示剂,或酸度计检验呈中性后,方可使用。

5 试验步骤

5.1 当试验液体石油产品时,将50 mL试样和50 mL蒸馏水放入分液漏斗,加热至50~60℃。轻质石油产品,如汽油和溶剂油等均不加热。

对50℃运动粘度大于75 mm²/s的石油产品,应预先在室温下与50 mL汽油混合,然后,加入50 mL加热至50~60℃的蒸馏水。

将分液漏斗中的试验溶液,轻轻地摇动5 min,不允许乳化。放出澄清后下部的水层,经滤纸过滤后,滤入锥形烧瓶中。

5.2 当试验润滑油、石蜡、地蜡和含蜡组分时,取50 g预先熔化好的试样,称准至0.01 g。将其置于瓷蒸发皿或锥形烧瓶中,然后,注入50 mL蒸馏水,并煮沸至完全熔化。

冷却至室温后,小心地将下部水层倒入有滤纸的漏斗中,滤入锥形烧瓶。对已凝固的产品(如石蜡和地蜡等),则事先用玻璃棒刺破蜡层。

5.3 当试验添加剂产品时,向分液漏斗中注入10 mL试样和40 mL溶剂油,再加入50 mL加热至50~60℃蒸馏水。将分液漏斗摇动5 min,澄清后分出下部水层,经有滤纸的漏斗,滤入锥形烧瓶。

5.4 若当石油产品用水混合,即用水抽提水溶性酸或碱,产生乳化时,则用50~60℃的1:1 95%乙醇水溶液代替蒸馏水处理,以后的步骤按5.1条或5.3条进行。

注:试验柴油、碱洗润滑油、含添加剂润滑油和粗制的残留石油产品时,遇到试样的水抽出液对酚酞呈现碱性反应(可能由于皂化物发生水解作用引起)时,也可按本条步骤进行试验。

5.5 将5.1,5.2,5.3条或5.4条试验所得抽提物,用酸度计或指示剂测定水溶性酸或碱。

5.5.1 用酸度计测定水溶性酸或碱

向烧杯中注入30~50 mL抽提物,电极浸入深度为10~12 mm,按酸度计使用要求测定pH值。根据下表确定试样抽提物水溶液或乙醇水溶液中有无水溶性酸或碱。

石油产品水(或乙醇水溶液)抽提物特性	pH值
酸性	<4.5
弱酸性	4.5~5.0
无水溶性酸或碱	>5.0~9.0
弱碱性	>9.0~10.0
碱性	>10.0

5.5.2 用指示剂测定水溶性酸或碱

向两个试管中分别放1~2 mL抽提物,在第一支试管中,加入2滴甲基橙溶液,并将它与装有相同体积蒸馏水和甲基橙溶液的第三支试管相比较。如果抽提物呈玫瑰色,则表示所试石油产品里有水溶性酸存在。

在第二支盛有抽提物的试管中加入3滴酚酞溶液。如果溶液呈玫瑰色或红色时,则表示有水溶性碱存在。

当抽提物用甲基橙或酚酞为指示剂,没有呈现玫瑰色或红色时,则认为没有水溶性酸或碱。

5.5.3 当对石油产品质量评价出现不一致时,则水溶性酸或碱的仲裁试验按5.5.1进行。

6 精密度

6.1 本精密度规定仅适用于酸度计法。

6.2 同一操作者所提出的两个结果之差,不应大于0.05 pH。

7 报告

取重复测定两个 pH 值的算术平均值作为试验结果。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准参照采用苏联国家标准 ГOCT6307—75《石油产品水溶性酸和碱测定法》。

本标准首次发布于1964年4月4日。