

中华人民共和国国家标准

UDC 665.52
:543.06

石油产品水溶性酸及碱测定法

GB/T 259—88

Petroleum products—Determination of water-
soluble acids and alkalis

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 SH 0004 橡胶工业用溶剂油规定。
- 3.2.3 蒸馏水:符合 GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》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℃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 当试验润滑脂、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是否有水溶性酸或碱。

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。