

МАСЛА НЕФТЯНЫЕ

Метод определения стабильности против окисления

Mineral oils.
Method for determination of oxidation stability

ГОСТ
981—75

МКС 75.100
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные масла с присадками и без присадок и устанавливает метод определения стабильности против окисления трансформаторных, турбинных и других нефтяных масел.

Сущность метода заключается в окислении масла в приборе ВТИ под воздействием кислорода при повышенной температуре в присутствии катализатора.

Стабильность масла против окисления характеризуется кислотным числом, количеством летучих низкомолекулярных кислот и осадка, образующихся при окислении.

Условия испытания (температура, время окисления, расход кислорода и катализатор) предусматриваются в нормативно-технической документации на масла различного назначения.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При определении стабильности нефтяных масел против окисления применяют:

прибор ВТИ для окисления из молибденового стекла с шлифованными пробками (черт. 1).
Общий вид установки для окисления нефтяных масел приведен на черт. 2;

спирали внешним диаметром приблизительно 15 мм и высотой приблизительно 65 мм из стальной проволоки по ГОСТ 3282, диаметром 1,0—1,02 мм и длиной 1000 мм;

пластинки из меди марки М0к и М1к по ГОСТ 859, толщиной 0,2—0,3 мм (черт. 3);

баню (термостат) типа ЛПСМ, жидкостную с электронагревом, обеспечивающим нагрев 100—180 °С, с погрешностью не более 0,5 °С с автоматической регулировкой температуры. Высота бани (термостата) должна обеспечивать возможность погружения в жидкость всего змеевика прибора для окисления;

термометры типа ТЛ-4 № 4 или ТЛ-5 № 3 по ТУ 25—2021.003;

ловушку с водой для улавливания летучих низкомолекулярных кислот;

реометры или ротаметры с градуировкой, обеспечивающей измерение 50—200 см³ кислорода в минуту (на каждый прибор) с погрешностью не более 10 %. Рекомендуемый прибор проверять пленочным пенным счетчиком Мартина;

кислород газообразный технический по ГОСТ 5583;

меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770;

цилиндры измерительные с шлифованной пробкой вместимостью 100 и 250 см³;

цилиндры измерительные с носиком вместимостью 25 см³;

бюретки по ГОСТ 29251, вместимостью 2, 10 и 25 см³;

воронки стеклянные по ГОСТ 19908, диаметром 70—100 мм;

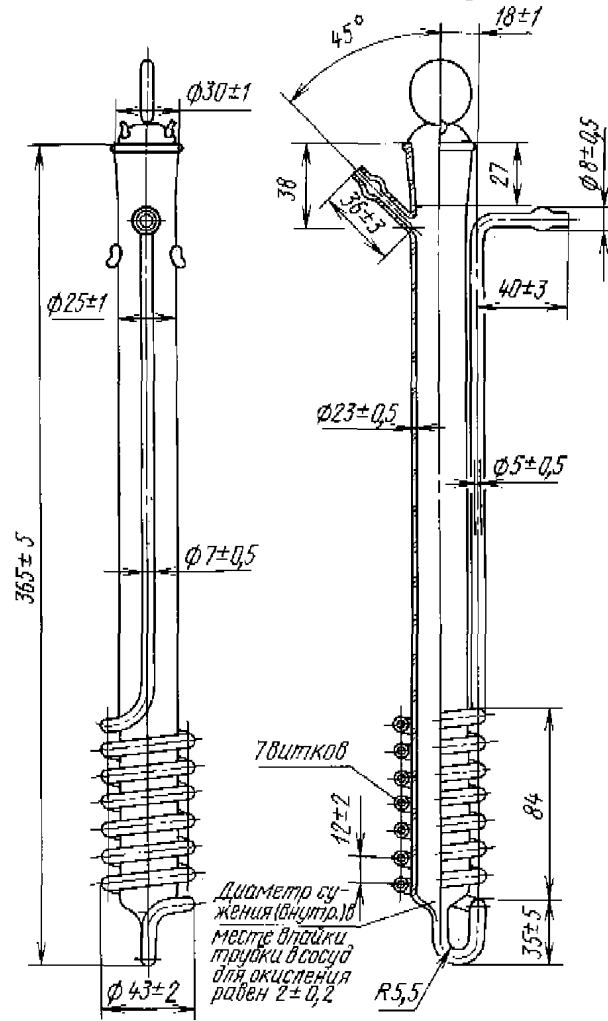
колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 50 и 250 см³;

баню водяную;

бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;

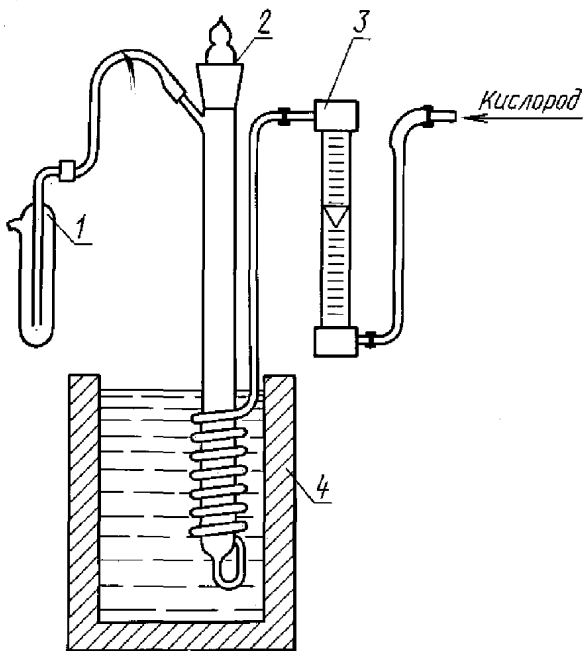
шкурки шлифовальные на тканевой основе по ГОСТ 5009 или шкурки шлифовальные на бумажной основе по ГОСТ 6456 с наименьшей зернистостью шлифовального порошка;

Прибор ВТИ для окисления нефтяных масел



Черт. 1

Общий вид установки для окисления нефтяных масел



1 — ловушка; 2 — прибор ВТИ для окисления нефтяных масел; 3 — реометр или ротаметр; 4 — масляная баня

Черт. 2

эксикатор по ГОСТ 25336;

бензин-растворитель для резиновой промышленности по НТД фильтрованный, с кислотностью не более 0,1 мг КОН на 100 см³ бензина, определяемой по ГОСТ 5985;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт, свежеперегнанный;

бензол по ГОСТ 5955, ч. д. а. или х. ч., свежеперегнанный;

смесь спиртобензольная 1:4;

эфир петролейный, марки 40—70;

кислоту серную по ГОСТ 4204, ч. д. а. или ч.;

калия гидроксид, х. ч. или ч. д. а.; 0,025 моль/дм³ водный и 0,05 моль/дм³

спиртовой растворы;

щелочной голубой, спиртовой раствор с массовой долей 2 %;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, ч. д. а., 0,1 моль/дм³ раствор;

метиловый оранжевый (парадиметиламиноазобензолсульфонокислый натрий),

раствор с массовой долей 0,1 %;

фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

смесь хромовую;

жидкость для бани (термостата), любую нетоксичную стабильную кремний-

органическую жидкость или нефтяные масла с температурой вспышки в открытом тигле выше 250 °С с добавлением 1 % стабилизирующей присадки;

пасту полировочную хромовую литуую.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

Медная пластинка



Черт. 3

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Прибор ВТИ для окисления нефтяных масел перед каждым испытанием промывают бензином и спиртобензольной смесью. Затем прибор, заполненный спиртобензольной смесью, выдерживают 15 мин в водяной бане, нагретой до 60 °С — 65 °С. Прибор промывают водой и несколько раз хромовой смесью. Приборы проверяют с метиловым оранжевым на отсутствие кислоты после многократного ополаскивания водой (последний раз дистиллированной), окончательно ополаскивают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при 120 °С в течение 3 ч с продувкой воздухом через каждый час.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Медные пластинки перед испытанием обрабатывают шлифовальной шкуркой, затем полировочной пастой до зеркального блеска. Стальную проволоку или спираль тщательно протирают со всех сторон шлифовальной шкуркой. Медные пластинки и стальные спирали после механической очистки протирают чистой суконной тканью, фильтровальной бумагой, ополаскивают, опуская два раза в спиртобензольную смесь, сушат на воздухе и сразу же погружают в прибор, содержащий испытуемое масло.

2.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.4. Конические колбы, применяемые для определения осадка, сушат в сушильном шкафу или термостате при (105 ± 3) °С не менее 30 мин, затем охлаждают 30 мин в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Высушивание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения расхождений между двумя последовательными взвешиваниями с погрешностью не более 0,0004 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5. Ловушки промывают водой, хромовой смесью, проверяют с метиловым оранжевым на отсутствие кислоты после ополаскивания водой и окончательно ополаскивают дистиллированной водой.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Окисление масла

3.1.1. В чистый сухой прибор ВТИ, в котором было ранее проведено не менее одного опыта окисления масла, берут 30 г испытуемого масла с погрешностью не более 0,1 г. В масло опускают медную пластинку с надетой на нее спиралью и закрывают прибор пришлифованной пробкой. При

С. 4 ГОСТ 981—75

применении резиновой пробки ее предварительно промывают спиртом и высушивают. Прибор опускают в баню (термостат), нагретую до заданной температуры, при этом все витки змеевика должны быть покрыты жидкостью, залитой в баню (уровень жидкости должен быть выше уровня масла в приборе на 5 см). Ловушку с 20 см³ дистиллированной воды присоединяют резиновой трубкой к отводному патрубку прибора. Резиновые трубки предварительно кипятят 30 мин в дистиллированной воде с добавлением 3 %-ного раствора аммиака (5 капель на 1 дм³ воды), затем промывают и снова кипятят 30 мин в дистиллированной воде и высушивают.

3.1.2. При отсутствии в нормативно-технической документации на нефтяные масла условий испытания масло окисляют при параметрах, указанных ниже.

| | |
|---|---|
| Температура, °С | 120 |
| Время окисления, ч | 14 |
| Скорость подачи кислорода, мл/мин | 200 |
| Катализатор | Медная пластинка с надетой на нее стальной спиралью; при испытании трансформаторных масел — только медная пластинка |

При этом определение содержания летучих низкомолекулярных кислот проводят по истечении 6 ч окисления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Определение содержания летучих низкомолекулярных кислот

3.2.1. По истечении заданного времени окисления ловушку отсоединяют от прибора. Содержимое ловушки переносят в коническую колбу вместимостью 50 см³, ловушку ополаскивают два раза по 5 см³ дистиллированной воды, которую сливают в ту же колбу.

3.2.2. Содержимое колбы титруют 0,025 моль/дм³ раствором едкого калия в присутствии трех капель фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски. Параллельно проводят титрование 0,025 моль/дм³ раствором гидроокиси калия, 120 см³ дистиллированной воды в присутствии трех капель фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски.

3.2.3. Обработка результатов

3.2.3.1. Содержание летучих низкомолекулярных кислот ($K_{\text{лнм}}$) в мг КОН на 1 г масла вычисляется по формуле

$$K_{\text{лнм}} = \frac{(V_2 - \frac{V_1}{4}) \cdot T}{30},$$

где V_1 — объем 0,025 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование 120 см³ дистиллированной воды, см³;

V_2 — объем 0,025 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование 30 см³ испытуемого раствора, см³;

4 — отношение 120 см³ к 30 см³;

T — титр 0,025 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, мг/см³;

30 — масса испытуемого масла, взятая на окисление, г.

3.2.3.2. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Т а б л и ц а 1*

| Содержание летучих низкомолекулярных кислот, мг КОН на 1 г масла | Допускаемые расхождения, мг КОН на 1 г масла |
|--|--|
| До 0,005 | 0,002 |
| Св. 0,005 до 0,03 | 0,003 |
| » 0,03 » 0,05 | 0,005 |
| » 0,05 » 0,10 | 0,010 |
| » 0,10 | 0,015 |

* Табл. 2 и 3. (Исключены, Изм. № 4).

3.3. Определение содержания осадка

3.3.1. По окончании окисления прибор ВТИ вынимают из бани (термостата) и охлаждают до приблизительно 60 °С. Масло в приборе перемешивают продуванием воздуха 10—15 с. 25 г окисленного масла взвешивают с погрешностью не более 0,1 г в цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 100 см³ для определения содержания осадка и кислотного числа. Масло в цилиндре растворяют в бензине «Галоша», доводя объем раствора до 100 см³, и оставляют на 12 ч в темноте при температуре окружающей среды для выделения осадка. Растворение масла в бензине проводят сразу же после окисления.

3.3.2. Раствор в цилиндре после отстаивания в течение 12 ч фильтруют через бумажный фильтр в измерительный цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 250 см³, промывают осадок на фильтре бензином. Объем раствора в цилиндре доводят бензином до 200 см³, закрывают пробкой, перемешивают и используют для определения кислотного числа. Осадок на фильтре обрабатывают горячей свежеприготовленной спиртобензольной смесью, собирая раствор в коническую колбу вместимостью 50 см³, доведенную до постоянной массы по п. 2.4.

Спиртобензольную смесь отгоняют из конической колбы на водяной бане. Осадок в колбе сушат 30 мин в сушильном шкафу или термостате при (105 ± 3) °С. Для удаления следов масла осадок два раза промывают (приблизительно по 5 см³ петролейного эфира), вновь сушат 1,5 ч при (105 ± 3) °С, охлаждают 30 мин в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3.3. Обработка результатов

3.3.3.1. Массовую долю осадка в окисленном масле (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — масса окисленного масла, г;

m_1 — масса осадка, г.

3.3.3.2. **(Исключен, Изм. № 4).**

3.4. Определение кислотного числа

3.4.1. Бензиновый фильтр, полученный в соответствии с п. 3.3.2, перемешивают и 20 см³ мерным цилиндром переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. В другую такую же колбу помещают 25 см³ спиртобензольной смеси, 0,5 см³ щелочного голубого (из «бюретки») и одну каплю 0,1 моль/дм³ соляной кислоты, титруют 0,05 моль/дм³ спиртовым раствором гидроокиси калия до изменения цвета, сохраняющегося 15 с. Нейтрализованную спиртобензольную смесь переносят в колбу с бензиновым фильтратом и титруют тем же раствором гидроокиси калия до изменения цвета, сохраняющегося 15 с. Если бензиновый фильтрат темного цвета, то количество спиртобензольной смеси увеличивают до 40—50 см³, а количество индикатора — до 1—2 см³.

3.4.2. Обработка результатов

3.4.2.1. Кислотное число окисленного масла (K) в мг КОН на 1 г масла вычисляют по формуле

$$K = \frac{V \cdot T \cdot n}{25},$$

где V — объем 0,05 моль/дм³ спиртового раствора, гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см³;

T — объем 0,05 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, мг/см³;

n — отношение объема всего бензинового фильтра к объему, взятому для титрования;

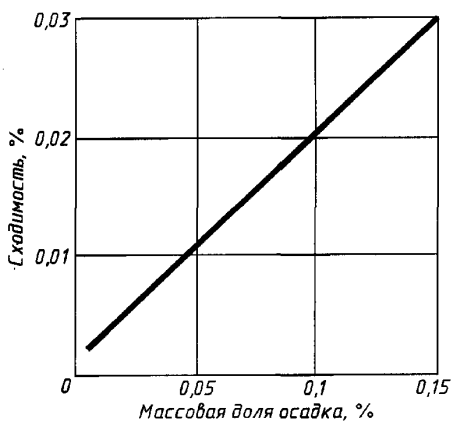
25 — масса окисленного масла, г.

3.4.2.2. **(Исключен, Изм. № 4).**

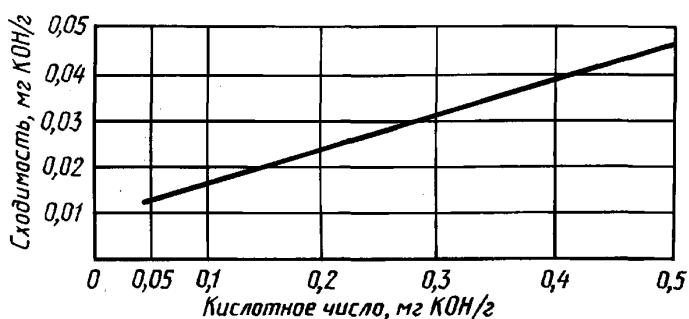
4. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значения, определенного по графику для большего результата (черт. 4 — для осадка, черт. 5 — для кислотного числа).



Черт. 4



Черт. 5

Для результатов испытаний, превышающих значения 0,15 % для массовой доли осадка и 0,5 мг КОН на 1 г масла для кислотного числа, сходимость определяют путем экстраполяции прямых (черт. 4 и 5).

Для результатов испытаний менее 0,01 % для массовой доли осадка допустимые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,002 %.

Для результатов испытаний менее 0,05 мг КОН на 1 г масла для кислотного числа допустимые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,01 мг КОН на 1 г масла.

Разд. 4. (Введен дополнительно, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством энергетики и электрификации СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.06.75 № 1617
3. ВЗАМЕН ГОСТ 981—55
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 859—2001 | 1.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 1.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 1.1 |
| ГОСТ 3282—74 | 1.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 1.1 |
| ГОСТ 5009—82 | 1.1 |
| ГОСТ 5583—78 | 1.1 |
| ГОСТ 5955—75 | 1.1 |
| ГОСТ 5985—79 | 1.1 |
| ГОСТ 6456—82 | 1.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 1.1 |
| ГОСТ 12026—76 | 1.1 |
| ГОСТ 18300—87 | 1.1 |
| ГОСТ 19908—90 | 1.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 1.1 |
| ГОСТ 29251—91 | 1.1 |
| ТУ 38.401—67—108—92 | 1.1 |
| ТУ 25—2021.003—88 | 1.1 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)
6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в июле 1978 г., в июле 1981 г., в сентябре 1985 г., в сентябре 1990 г. (ИУС 7—78, 10—81, 12—85, 12—90)