# ГОСТ 13302-77 Кислоты нефтяные. Технические условия (с Изменениями N 1-4)

ГОСТ 13302-77

Группа Б45

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТЫ НЕФТЯНЫЕ

Технические условия

Petroleum acids. Specifications

МКС 75.140
ОКП 02 5811 0000

Дата введения 1979-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.И.Рустамов (руководитель темы), К.М.Касумов, В.А.Доронина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.77 N 2778

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13302-67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
| ГОСТ 12.1.007-76 | 7.2 |
| ГОСТ 1277-75 | 4.6.1 |
| ГОСТ 1510-84 | 5.1 |
| ГОСТ 2477-65 | 2.2 |
| ГОСТ 2517-85 | 3.2, 4.1 |
| ГОСТ 3118-77 | 4.3.1, 4.4.1 |
| ГОСТ 4108-72 | 4.6.1 |
| ГОСТ 4204-77 | 4.3.1 |
| ГОСТ 4328-77 | 4.3.1, 4.6.1 |
| ГОСТ 4459-75 | 4.6.1 |
| ГОСТ 4461-77 | 4.3.1, 4.4.1 |
| ГОСТ 4919.1-77 | 4.5.1, 4.6.1 |
| ГОСТ 6709-72 | 4.3.1, 4.4.1, 4.6.1 |
| ГОСТ 12026-76 | 4.3.1 |
| ГОСТ 13830-97 | 4.3.1 |
| ГОСТ 18300-87 | 4.3.1, 4.5.1, 4.6.1 |
| ГОСТ 20284-74 | 2.2 |
| ГОСТ 23932-90 | 4.2, 4.3.1 |
| ГОСТ 24363-80 | 4.3.1, 4.5.1 |
| ГОСТ 25336-82 | 4.2, 4.3.1, 4.4.1 |
| ГОСТ 25794.1-83 | 4.3.1 |
| ГОСТ 25794.3-83 | 4.6.1 |
| ТУ 6-09-53-60-88 | 4.3.1, 4.5.1, 4.6.1 |

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 07.08.91 N 1326

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями N 1, 2, 3, 4, утвержденными в июле 1983 г., декабре 1985 г., декабре 1988 г., августе 1991 г. (ИУС 10-83, 4-86, 4-89, 11-91)

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные кислоты, получаемые при очистке светлых и масляных дистиллятов и применяемые в качестве эмульгатора, присадки, растворителя различных смол и анилиновых красителей.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

1. МАРКИ

1.1 В зависимости от сырья и технологии изготовления устанавливаются следующие марки нефтяных кислот:

дистиллированные кислоты - продукт вакуумной перегонки нефтяных кислот, выделенных из светлых нефтепродуктов;

техническая кислота (асидол А-1) - продукт разложения натриевых солей нефтяных кислот, полученных при очистке масляных дистиллятов или на базе остатка от дистилляции нефтяных кислот, выделенных из светлых нефтепродуктов;

асидол-мылонафт - смесь нефтяных кислот и их натриевых солей, получаемая при неполном разложении натриевых солей нефтяных кислот серной кислотой;

мылонафт - натриевые соли нефтяных кислот.

Для каждой марки нефтяной кислоты код ОКП должен соответствовать указанному в табл.1.

Таблица 1

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Марка нефтяной кислоты | Код ОКП |
| Дистиллированные нефтяные кислоты | 02 5811 0400 |
| Асидол А-1 | 02 5811 0101 |
| Асидол мылонафт | 02 5811 0201 |
| Мылонафт | 02 5811 0302 |

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Нефтяные кислоты должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологии, утвержденной в установленном порядке. Нефтяные кислоты, применяемые в качестве присадки, должны быть изготовлены по технологии и из сырья, которое применялось при получении образцов топлив, прошедших государственные испытания с положительными результатами и допущенных к применению в установленном порядке.

2.2. По физико-химическим показателям нефтяные кислоты должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл.2.

Таблица 2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |
| Наименование показателя | Норма для марки |
|  | Дистиллированные нефтяные кислоты | Техническая нефтяная кислота (асидол) А-1 | Асидол-мылонафт | Мылонафт | Метод испытания |
| 1. Внешний вид | Прозрачная однородная жидкость |  | Жидкость от светло-коричневого до темно-коричневого цвета | Мазеобразное вещество коричневого цвета | По п.4.2 |
| 2. Массовая доля нефтяных кислот, %, не менее | 96 | 42 | 75 | 43 | По п.4.3 |
| 3. Массовая доля минерального масла в пересчете на органические вещества, %, не более | 2,8 | 57 | 9 | 9 | По п.4.4 |
| 4. Кислотное число, мг КОН на 1 г нефтяных кислот: | 230-260 | -  | -  | -  | По п.4.5 |
| не более | -  | 185 | - | -  |  |
| не менее | -  | -  | 225 | 220 |  |
| 5. Массовая доля минеральных солей, %, не более | - | -  | 1 | 2 | По п.4.6 |
| в том числе: массовая доля сульфатов, %, не более | -  | -  | 0,7 | 1 |  |
| массовая доля хлоридов, %, не более | - | - | 0,3 | 1 |  |
| 6. Массовая доля воды, %, не более | - | 4 | - | - | По ГОСТ 2477 |
| 7. Цвет, единицы, ЦНТ, не более | 3,5 | - | - | - | По ГОСТ 20284 |
| 8. (Исключен, Изм. N 3). |  |  |  |  |  |

Примечание. По согласованию с потребителем допускается вырабатывать дистиллированные нефтяные кислоты с кислотным числом 230-280 мг КОН на 1 г нефтяных кислот.

Допускается вырабатывать дистиллированные нефтяные кислоты, используемые в качестве противоизносной присадки к топливам для авиационных и газотурбинных двигателей, с кислотным числом не более 270 мг КОН на 1 г нефтяных кислот и цветом не более 4,5 единицы ЦНТ.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3, 4).

## 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Нефтяные кислоты принимают партиями. Партией считают любое количество кислот, однородных по своим качественным показателям и сопровождаемых одним документом о качестве.

3.2. Объем выборки - по ГОСТ 2517.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания пробы от удвоенной выборки.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

## 4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Пробы нефтяных кислот отбирают по ГОСТ 2517. Масса объединенной пробы должна быть 1 кг.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

**4.2. Определение внешнего вида**

Внешний вид нефтяных кислот определяют визуально в проходящем свете в пробирке из бесцветного стекла (ГОСТ 25336) диаметром 20 мм при комнатной температуре.

**4.3. Определение массовой доли нефтяных кислот**

4.3.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Воронки типов ВД и ВК вместимостью 250 и 500 см - по ГОСТ 25336.

Колбы типов К и Кн вместимостью 250 и 500 см - по ГОСТ 25336.

Стаканы типов В и Н вместимостью 250 и 400 см - по ГОСТ 25336.

Баня водяная с электрообогревателем с закрытой спиралью или с паровым обогревом.

Холодильник типа ХПТ - по ГОСТ 25336.

Термостат, обеспечивающий нагрев до температуры 75 °С - 100 °С.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, спирто-водный раствор (1:1) 1 моль/дм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 10%, или кислота соляная по ГОСТ 3118, или кислота серная по ГОСТ 4204.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей 0,2%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 0,5 моль/дм, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Раствор спирта в воде 1:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830\*, насыщенный раствор.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574-2000.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-53-60-88, спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Эфир петролейный, марки 40-70.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Допускается применять другую посуду с метрологическими характеристиками не хуже, а реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3, 4).

4.3.2. Проведение испытания

Из тщательно перемешанной пробы берут в химический стакан навеску нефтяных кислот массой 5-10 г, взвешенную на технических весах до второго десятичного знака, затем приливают раствор гидроокиси калия до щелочной реакции при добавлении нескольких капель раствора фенолфталеина и содержимое переносят в делительную воронку.

Для отделения минерального масла смесь при встряхивании обрабатывают петролейным эфиром, периодически приоткрывая краник воронки.

Верхний слой (раствор масла в петролейном эфире) при испытании технических нефтяных кислот фильтруют в предварительно взвешенную колбу для определения в нем минерального масла.

При испытании дистиллированных нефтяных кислот и асидол-мылонафта верхний слой сливают и не используют.

Для полного извлечения минерального масла спирто-водный слой дополнительно обрабатывают петролейным эфиром, фильтруя верхний слой в ту же колбу до тех пор, пока капля этого раствора перестанет оставлять масляное пятно на фильтровальной бумаге.

Спирто-водный слой нефтяных кислот количественно переносят в делительную воронку, стакан дважды ополаскивают порциями (по 5-10 см) спирто-водного раствора, который также сливают в делительную воронку.

Затем спирто-водный слой в делительной воронке разбавляют равным объемом насыщенного раствора поваренной соли.

Для разложения солей нефтяных кислот раствор в делительной воронке обрабатывают при встряхивании 10%-ной азотной, соляной или серной кислотой при добавлении нескольких капель раствора метилового оранжевого до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 1 мин.

Для извлечения выделившихся нефтяных кислот раствор при встряхивании обрабатывают двумя порциями петролейного эфира по 30-40 см, периодически приоткрывая краник воронки, и отстаивают до полного осветления нижнего слоя, после чего спирто-водный раствор сливают.

Раствор нефтяных кислот в петролейном эфире промывают несколько раз насыщенным раствором поваренной соли до нейтральной реакции промывных вод, по метиловому оранжевому фильтруют в предварительно взвешенную коническую колбу через делительную воронку во избежание попадания в колбу раствора соли. Воронку дважды ополаскивают порциями (по 10-20 см) петролейного эфира, также фильтруют в колбу и промывают фильтр петролейным эфиром в ту же колбу.

Петролейный эфир отгоняют из колбы на водяной бане, затем отсоединяют холодильник, колбу выдерживают на водяной бане 1,0-1,5 ч (для полного удаления петролейного эфира) и высушивают в термостате при 75 °С, проводя первое высушивание в течение 30 мин, последующие в течение 10 мин каждое до получения расхождений между двумя последующими взвешиваниями не более 0,001 г.

При испытании мылонафта контрольную пробу тщательно растирают в фарфоровой чашке до однородной массы, после чего взвешивают около 10 г продукта до второго десятичного знака в химическом стакане с носиком, приливают 50 см дистиллированной воды и 50 см этилового спирта, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и 0,5 моль/дм раствора гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

Приливают в стакан спирт в количестве, равном израсходованному количеству гидроокиси натрия. Спирто-водный раствор мылонафта количественно переносят в делительную воронку, стакан ополаскивают порциями (по 10-20 см) спирто-водного раствора, которые также приливают в делительную воронку.

Минеральное масло извлекают из спирто-водного раствора встряхиванием с петролейным эфиром до тех пор, пока капля спирто-водного раствора на фильтровальной бумаге не будет оставлять масляного пятна. Далее проводят разложение солей нефтяных кислот и последующее извлечение их, как указано выше.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3, 4)

.

4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю нефтяных кислот  в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески, г;

 - масса извлеченных кислот, г.

4.3.4. За результат испытания принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1% от меньшего результата.

**4.4. Определение массовой доли минерального масла в пересчете на органические вещества**

4.4.1. Аппаратура и реактивы

Термостат, обеспечивающий нагрев до температуры 75 °С - 100 °С.

Колба коническая по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см.

Воронка делительная по ГОСТ 25336, вместимостью 250-500 см.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 10%.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10%.

Эфир петролейный, марки 40-70.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 4).

4.4.2. Проведение испытания

Для определения массовой доли органических веществ из тщательно перемешанного продукта (дистиллированные нефтяные кислоты, асидол-мылонафт и мылонафт) берут навеску массой около 10 г до второго десятичного знака. Навеску перемешивают с 50 смдистиллированной воды, количественно переносят в делительную воронку, разлагают соли нефтяных кислот 10%-ным раствором азотной кислоты в присутствии метилового оранжевого до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 1 мин (при анализах дистиллированных нефтяных кислот допускается применять и соляную кислоту).

Смесь нефтяных кислот с минеральным маслом извлекают петролейным эфиром, затем отгоняют петролейный эфир и высушивают органические вещества в термостате, проводя все операции как описано в п.4.3.2.

Делительную воронку ополаскивают один-два раза теплой дистиллированной водой порциями по 5-10 см.

Фильтрат после извлечения органических веществ петролейным эфиром собирают вместе с промывными водами в мерной колбе вместимостью 250 см и хранят для определения содержания солей.

Примечание. Минеральное масло во взвешенной колбе, выделенное из технических нефтяных кислот по п.4.3.2, высушивают в термостате при 75 °С, проводя первое высушивание в течение 30 мин, последующие в течение 10 мин каждое.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.4.3. Обработка результатов

4.4.3.1. Массовую долю органических веществ в асидоле-мылонафте, мылонафте и дистиллированных нефтяных кислотах  в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески, г;

 - масса органических веществ, г.

4.4.3.2. Массовую долю минерального масла в пересчете на органические вещества в асидоле-мылонафте, мылонафте и дистиллированных нефтяных кислотах  в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовая доля нефтяных кислот, %;

 - массовая доля органических веществ, %.

4.4.3.3. Массовую долю минерального масла в технических нефтяных кислотах  в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса навески, г;

 - масса извлеченного масла, г.

4.4.3.4 Массовую долю минерального масла в пересчете на органические вещества в технических нефтяных кислотах  в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовая доля нефтяных кислот, %;

 - массовая доля минерального масла, %.

4.4.3.5. За результат испытания принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать для дистиллированных нефтяных кислот, асидол-мылонафта и мылонафта 0,5%, а для технических нефтяных кислот - 1% от меньшего результата.

**4.5. Определение кислотного числа нефтяных кислот**

4.5.1. Реактивы

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, спиртовой раствор 0,1 моль/дм.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, свеженейтрализованный.

Фенолфталеин по ТУ 6-09-53-60-88, спиртовой раствор с массовой долей 1%, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

(Измененная редакция, Изм. N 4).

4.5.2. Проведение испытания

Около 0,5 г нефтяных кислот, выделенных по п.4.3, взвешивают до четвертого десятичного знака в предварительно взвешенную коническую колбу, после чего навеску растворяют в 25 смсвеженейтрализованного спирта и титруют раствором гидроокиси калия при добавлении нескольких капель раствора фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 1 мин.

4.5.3. Обработка результатов

Кислотное число  в мг КОН на 1 г нефтяных кислот вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора гидроокиси калия точно 0,1 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

 - масса навески нефтяных кислот, г;

5,6 - масса гидроокиси калия, мг, соответствующая концентрации точно 0,1 моль/дмраствора гидроокиси калия, см.

4.5.2, 4.5.3. (Измененная редакция, Изм. N 3, 4).

4.5.4. За результат испытания принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1% от меньшего результата.

**4.6. Определение массовой доли минеральных солей в асидол-мылонафте и мылонафте**

4.6.1. Реактивы и материалы

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 0,1 моль/дм, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 0,1 моль/дм, приготовленный по ГОСТ 25794.3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин по ТУ 6-09-53-60-88, спиртовой раствор с массовой долей 1%, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Фильтр обеззоленный "синяя лента".

Допускается применять реактивы по качеству, не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 4).

4.6.2. Проведение испытания

4.6.2.1. Определение массовой доли сульфатов

Фильтрат после отделения органических веществ, находящихся в мерной колбе вместимостью 250 см (см. п.4.4.2), доводят дистиллированной водой до метки. Отбирают пипеткой 100 см раствора, вносят в химический стакан, нагревают до кипения и осаждают при перемешивании кипящим раствором хлористого бария. Стакан с осадком выдерживают в течение 3 ч при 30 °С - 35 °С, затем осадок фильтруют через беззольный фильтр "синяя лента" и промывают дистиллированной водой, нагретой до 80 °С - 90 °С, до полного удаления хлоридов в промывных водах (проба с раствором азотнокислого серебра). Высушивают осадок, переносят его во взвешенный тигель и прокаливают в муфельной печи до постоянной массы. Расхождение между двумя последующими взвешиваниями не должно превышать 0,0004 г.

4.6.2.2. Определение массовой доли хлоридов

Из мерной колбы (см. п.4.3) берут пипеткой две пробы по 25 см каждая и вносят их в две конические колбы. В первую колбу вносят несколько капель раствора фенолфталеина, нейтрализуют пробу раствором гидроокиси натрия и отмечают объем гидроокиси натрия, израсходованный на нейтрализацию.

Раствор во второй колбе нейтрализуют установленным по предыдущему титрованию объемом гидроокиси натрия (без фенолфталеина), введя в качестве индикатора 1 см раствора хромовокислого калия, титруют раствором азотнокислого серебра до появления красного осадка.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.6.3. Обработка результатов

4.6.3.1. Массовую долю сульфатов  в процентах в пересчете на сернокислый натрий вычисляют по формуле

,

где  - масса навески, г;

 - масса сернокислого бария, г;

0,6084 - отношение молекулярных масс сернокислого натрия и сернокислого бария (NaSO:BaSO).

4.6.3.2. Массовую долю хлоридов  в процентах в пересчете на хлористый натрий вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора азотнокислого серебра точно 0,1 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

 - масса навески, г;

58,5 - молекулярная масса хлористого натрия.

(Измененная редакция, Изм. N 4).

4.6.3.3. Массовую долю минеральных солей  в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовая доля сульфатов, %;

 - массовая доля хлоридов, %.

4.6.3.4. За результат испытания принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02% от меньшего результата.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

4.7. (Исключен, Изм. N 4).

## 5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение - по ГОСТ 1510 со следующим дополнением: дистиллированные нефтяные кислоты транспортируют в алюминиевых цистернах, допускается по согласованию с потребителем транспортировать в стальных цистернах.

## 6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие нефтяных кислот требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения нефтяных кислот - три года со дня изготовления.

6.1, 6.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

## 7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Нефтяные кислоты представляют собой горючие жидкости. Температура вспышки дистиллированных нефтяных кислот 148 °С, температура воспламенения 168 °С, температура самовоспламенения 271 °С.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

7.2. Предельно допустимая концентрация паров нефтяных кислот в воздухе рабочих помещений - 300 мг/м.

Класс опасности 4 (вещества малоопасные) - по ГОСТ 12.1.007.

(Измененная редакция, Изм. N 4).

7.3. В помещениях для хранения и эксплуатации нефтяных кислот запрещается обращение с открытым огнем, искусственное освещение должно быть во взрывобезопасном исполнении.

Помещение, в котором проводятся работы с нефтяными кислотами, должно быть снабжено надежной приточно-вытяжной вентиляцией.

Нефтяные кислоты не корродируют производственное оборудование и трубопроводы при работе до температуры 40 °С - 50 °С.

7.4. При загорании нефтяных кислот применимы все средства пожаротушения, кроме воды.

7.5. При разливе нефтяных кислот необходимо собрать их в отдельную тару, место разлива протереть сухой тряпкой; при разливе на открытой площадке место разлива засыпать песком с последующим удалением.

Нефтяные кислоты не токсичны.

7.6. При работе с нефтяными кислотами необходимо применять индивидуальные средства защиты согласно типовым отраслевым нормам, утвержденным в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. N 2).