ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54267—2010

ЭТАНОЛ, ДЕНАТУРИРОВАННЫЙ ТОПЛИВНЫЙ ЭТАНОЛ И ТОПЛИВНЫЙ ЭТАНОЛ (Ed75-Ed85)

Метод определения pH

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2010 г. № 1097-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 6423—2008 «Метод определения pHe этанола, денатурированного этанола и топливного этанола (Ed75-Ed85)» (ASTM D 6423—2008 «Standard test method for determination of pHe of ethanol, denatured ethanol and fuel ethanol (Ed75-Ed85)»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов АСТМ соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Значение и применение 2
6 Аппаратура 2
7 Реактивы и материалы 3
8 Контейнеры для проб 3
9 Калибровка аппаратуры 3
10 Проведение испытания 4
11 Прецизионность и отклонение 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЭТАНОЛ, ДЕНАТУРИРОВАННЫЙ ТОПЛИВНЫЙ ЭТАНОЛ И ТОПЛИВНЫЙ ЭТАНОЛ (Ed75-Ed85)

Метод определения pH

Ethanol, denatured fuel ethanol and fuel ethanol (Ed75-Ed85).
Method for determination of pH

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на метод определения кислотности топлив при большом содержании этанола [этанол, денатурированный топливный этанол и топливный этанол (Ed75-Ed85)]. Метод применим к топливам, содержащим номинальное количество этанола 70 % об. или более, как описано в АСТМ Д 4806, АСТМ Д 5798.

1.2 Кислотность, измеряемая по настоящему методу, определяется как pH. Значения pH для спиртовых растворов не являются непосредственно сопоставимыми со значениями pH водных растворов.

1.3 pH зависит от компаундирования топлива, скорости перемешивания и времени погружения электрода в топливо.

1.4 Настоящий стандарт не ставит своей целью решить все вопросы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет пригодность упомянутых ограничений перед его применением.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

АСТМ Д 4806[1)] Технические условия на денатурированный топливный этанол для компаундирования с бензином, используемый в качестве топлива в автомобильном двигателе внутреннего сгорания (ASTM D 4806, Specification for denatured fuel ethanol for blending with gasolines for use as automotive spark-ignition engine fuel)

АСТМ Д 5798[2)] Технические условия на топливный этанол (Ed75-Ed85) для автомобильных двигателей внутреннего сгорания (ASTM D 5798, Specification for fuel ethanol (Ed75-Ed85) for automotive spark-ignition engines)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **этанол** (ethanol): Этиловый спирт (C_2H_5OH), химическое соединение.

3.1.2 **денатуранты** (denaturants): Бензин, компоненты бензина, неэтилированный бензин, токсические или вредные материалы, добавленные к топливному этанолу, чтобы сделать его непригодным для использования в качестве напитка, но пригодным для использования в качестве автомобильного топлива.

[1)] Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.02.

[2)] Annual Book of ASTM Standards, Vol 05.03.

Издание официальное

3.1.3 **денатурированный топливный этанол** (denatured fuel ethanol): Топливный этанол, непригодный для использования в качестве напитка в результате добавления денатурантов.

3.1.4 **топливный этанол (Ed75-Ed85)** (fuel ethanol): Смесь этанола и углеводородов, в которой доля этанола составляет от 75 % об. до 85 % об. денатурированного этанола.

3.1.5 **pH:** Кислотность топливного этанола, определяемая на указанной аппаратуре и по настоящему стандарту.

4 Сущность метода

4.1 Образец испытывают при комнатной температуре с использованием определенной электродной системы и pH-метра с импедансом более 10^{12} Ом и рекомендуемыми для использования ион-селективными электродами.

4.2 Считывание показаний проводят точно через 30 с, поскольку показания измерительного прибора будут меняться в течение анализа в результате воздействия растворителя на мембрану стеклянного электрода. Время пребывания стеклянного электрода в растворах спирта должно быть минимальным для предотвращения дегидратации мембраны стеклянного электрода.

4.3 В периоды между испытаниями электрод хранят в буферном водном растворе с pH 7. Таким образом проводят регидратирование стеклянного электрода, что является необходимым для сохранения его характеристик.

4.4 Электрод очищают/регидратируют после анализа десяти проб. В качестве альтернативы можно использовать поочередное погружение в 1М раствор NaOH и 1М раствор H_2SO_4 (или в 1М раствор HCl) примерно на 30 с. Новые электроды перед первым использованием обрабатывают таким же способом.

5 Значение и применение

5.1 Кислотность, определяемая как pH, является более точным показателем коррозирующей способности топливного этанола, чем общая кислотность, поскольку общая кислотность не характеризует силу кислоты, способствует переоценке действия слабых кислот, таких как карбоновые кислоты, и может привести к недооценке коррозионных возможностей низких концентраций сильных кислот, таких как серная кислота.

6 Аппаратура

6.1 pH-метр

Все типы доступных pH-метров с импедансом более 10^{12} Ом, рекомендуемые для использования с ион-селективными электродами. Рекомендуются температурная компенсация и разрешение шкалы показаний до 0,01 значения pH.

6.2 Электрод

Можно использовать комбинированный электрод надежного потока[3)] ORION Ross (электрод Росса) со стеклянным корпусом. Поскольку измерения проводят при равновесных условиях, важно использовать точный электрод для обеспечения воспроизводимых результатов. Применение других электродов (даже близких по конструкции) может привести к отличающимся результатам при тех же условиях из-за другого размера или типа стеклянной мембраны для pH электрода, другого типа соединения солевого моста или других незначительных отличий, которые могут влиять на их неравновесный сигнал.

6.3 Сравнительный электрод

При работе в спиртовой среде некоторые сравнительные электроды заполняют спиртовыми растворами. Для настоящего метода используют электроды, заполненные водным раствором хлорида калия по 7.4. В качестве калибровочных растворов также используют водные буферные растворы по 7.2.

[3)] Указанный электрод (ORION Cat. No. 8172BN) может быть получен от поставщиков или производителей: Orion Research Incorporated, Laboratory Products Group, The Schrafft Center, 529 Main Street, Boston, MA 02129.

6.4 Компенсатор температуры

Компенсатор температуры — это термочувствительный элемент, помещаемый в пробу вместе с электродами и автоматически корректирующий изменение наклона сигнала стеклянного электрода с изменением температуры. Компенсатор температуры не осуществляет коррекцию значения pH пробы с изменением температуры. Благодаря проведению температурной компенсации осуществляется коррекция только изменения наклона сигнала pH электрода с изменением температуры. При этом температура пробы топлива должна быть (22 ± 2) °С.

6.5 Химический стакан из боросиликатного стекла вместимостью 100 $см^3$.

6.6 Магнитная мешалка любого типа с тефлоновым покрытием стержня мешалки длиной от 19 до 25 мм.

6.7 Секундомер или таймер, обеспечивающий измерение времени в секундах.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов

Используемые реактивы должны быть класса х. ч. Если нет других указаний, то это означает, что все реактивы соответствуют техническим условиям Комитета аналитических реактивов американского химического общества[4)]. Можно использовать другие классы реактивов, если первоначально установлено, что реактив достаточно чистый, чтобы быть использованным без снижения точности измерения.

7.2 Буферные растворы

Коммерчески доступные, приготовленные буферные растворы (pH 4,00 и pH 7,00), пригодные для стандартизации.

7.3 1М соляная кислота (HCl): смешивают один объем концентрированной (12 М) HCl с одиннадцатью объемами дистиллированной воды.

7.4 3М хлорид калия (KCl).

Электрод поставляют уже с приготовленным раствором для его заполнения.

7.5 1М гидроксид натрия (NaOH): растворяют 4 г NaOH в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

7.6 1М серная кислота (H_2SO_4): смешивают один объем концентрированной (18 М) H_2SO_4 с 17 объемами дистиллированной воды.

8 Контейнеры для проб

8.1 Особое внимание должно быть уделено выбору емкости для пробы, чтобы избежать реакций, приводящих к изменению pH пробы. Нельзя использовать для проб стальные контейнеры или стальные контейнеры, покрытые эпоксидной смолой, стеклянные колбы, покрытые полихлорвинилом. Нельзя закрывать контейнеры бумажным уплотнением. Допускается использовать контейнеры из фторированного полиэтилена высокой плотности, из алюминия, получаемого под высоким давлением, стеклянные колбы без полихлорвинилового покрытия с фторуглеродной или полиэтиленовой уплотнительной крышкой.

8.2 Перед отбором пробы контейнеры ополаскивают топливом, отбираемым для испытания.

9 Калибровка аппаратуры

9.1 Включают pH-метр и прогревают его строго в соответствии с инструкциями производителя. Фиксируют температуру испытуемой пробы. Если температуру компенсации устанавливают вручную, то устанавливают температуру на шкале pH-метра, соответствующую температуре испытуемой пробы, и ждут какое-то время для установления термического равновесия всех буферных растворов и электрода.

[4)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Технические условия Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, см. Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD. (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

9.2 Очищают/регидратируют электрод после десяти анализов образцов, а также новые электроды перед первым использованием путем поочередного погружения несколько раз в 1М раствор NaOH и 1М раствор H_2SO_4 (или в 1М раствор HCl) примерно на 30 с. Удаляют электрод из раствора и тщательно промывают дистиллированной водой.

9.3 Калибруют pH-метр при pH 7,00 водным буферным раствором с pH 7,00. Удаляют электрод и тщательно промывают дистиллированной водой.

9.4 Калибруют pH-метр при pH 4,00 водным буферным раствором с pH 4,00, используя настройку наклона сигнала электрода. Наклон должен быть в диапазоне от 95 % до 100 %. Если наклон не укладывается в указанный диапазон, электрод необходимо очистить или заменить. Удаляют электрод и тщательно промывают дистиллированной водой. Помещают электрод в буферный раствор с pH 7,00.

10 Проведение испытания

10.1 Заполняют электрод по мере необходимости 3М раствором KCl, поставляемым с электродом.

10.2 Проводят калибровку аппаратуры с использованием двух стандартных буферных растворов, как описано в 9.3 и 9.4.

10.3 Начинают каждое измерение с новой аликвотой образца (свежей порцией) этанола. Для обеспечения точности получаемых результатов измерения необходимо использовать новую порцию пробы, учитывая слабую ионную силу топливных спиртов и их слабую способность удерживать буферные свойства.

10.4 Помещают около 50 $см^3$ пробы в стакан вместимостью 100 $см^3$ со стержнем магнитной мешалки, а также термометр (для приборов с ручной температурной компенсацией) либо термочувствительный датчик АТС (для приборов с автоматической температурной компенсацией) и доводят температуру до (22 ± 2) °С.

10.5 Вынимают электрод из буферного раствора с pH 7,00 и тщательно промывают дистиллированной водой. Промывные воды сливают в специальную емкость для отработанных продуктов.

10.6 Промокают электрод для удаления избытка воды.

10.7 Помещают электрод в перемешиваемую пробу этанола при комнатной температуре, начинают отсчет времени и измеряют pH строго каждые (30 ± 1) с. Перемешивание должно быть достаточно быстрым, чтобы создавать небольшой вихрь на глубине примерно 6—8 мм. Следует заметить, что показания прибора будут медленно изменяться спустя 30 с в связи с дегидратацией стеклянного pH электрода, приводящей к сдвигу его выходного сигнала. Если значение показаний не возрастает через интервалы, равные 30 с, для топлив с низким pH (pH < 5) или низкой буферной емкостью, то, возможно, электрод следует очистить или заменить.

10.8 Удаляют электрод из пробы и тщательно промывают дистиллированной водой аналогично 10.5. Возвращают электрод в буфер с pH 7,00 для регидратации стеклянного pH электрода.

10.9 Выдерживают электрод в буферном растворе до тех пор, пока показания не упадут ниже 7,05, и дополнительно выдерживают в течение 20 с. Вновь проводят калибровку до pH 7,00, если через 5 мин pH выше 7,05.

10.10 Очищают/регидратируют электрод по 9.2 после проведения измерений десяти проб топливных спиртов. Электрод может дать плохую повторяемость или завышенные результаты без проведения периодической предварительной обработки его кислотой и основанием до его использования из-за возможного загрязнения стеклянного электрода или неполного гидратирования.

10.11 Проводят испытания следующей пробы, начиная с 10.3.

11 Прецизионность и отклонение

11.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода испытаний определена по результатам статистических межлабораторных испытаний.

11.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных условиях на идентичном испытуемом

материале в течение длительного времени при нормальном и правильном использовании метода, может превышать 0,29 pH только в одном случае из двадцати.

11.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух отдельных и независимых результатов испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном использовании метода, может превышать 0,52 pH только в одном случае из двадцати.

11.2 Отклонение

Поскольку не существует материала с установленным значением pH, отклонение не может быть определено.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 4806	—	*
АСТМ Д 5798	MOD	ГОСТ Р 54290—2010 «Топливный этанол (Ed75-Ed85) для автомобильных двигателей с принудительным зажиганием. Технические условия»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
MOD — модифицированные стандарты.

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.080 Б29

Ключевые слова: кислотность, топливо для автомобильных двигателей с искровым зажиганием, коррозирующая способность, денатурированный топливный этанол, этанол, топливный этанол, pH

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 07.10.2011. Подписано в печать 22.12.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,73. Тираж 121 экз. Зак. 1272.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.