М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения содержания серы сжиганием в лампе

Petroleum products.
Determination of sulphur content by lamp method

ГОСТ 19121—73

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.74

Настоящий стандарт распространяется на светлые нефтепродукты с упругостью паров до $931 \cdot 10^2$ Па (700 мм рт. ст.), бензин, керосин, нафту, а также другие жидкие нефтепродукты, полностью сгорающие в лампе аппарата, и устанавливает метод определения содержания серы в продукте при ее массовой доле не менее 0,01 %.

Стандарт не распространяется на нефть и масла с присадками.

Сущность метода заключается в сжигании нефтепродукта в лампе в чистом виде или после разбавления растворителем с последующим поглощением образовавшихся оксидов серы раствором углекислого натрия и титрованием соляной кислотой.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения содержания серы применяют:

аппараты для определения содержания серы в нефтепродуктах по НТД, типа ОС или ОСУ;

бюретки вместимостью 10, 25 и 50 $см^3$ исполнения 1, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 29251;

пипетки вместимостью 2, 5, 10 и 25 $см^3$ исполнений 1, 2, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 29227;

цилиндры исполнения 1, вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 1770;

промывалку с резиновой грушей;

насос стеклянный водоструйный по ГОСТ 25336 или другой насос, создающий разряжение;

баню водяную с электрообогревом;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 н.) раствор;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, 0,3 %-ный раствор;

метиловый оранжевый (индикатор) 0,05 %-ный раствор;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*;

нефрас C_2 или C_3 по НТД или петролейный эфир марки 70—100 или другой растворитель, выкипающий при 70—120°С с массовой долей серы не более 0,001 %, полностью смешивающийся с анализируемым продуктом и обеспечивающий горение с умеренной скоростью и без копоти;

фитиль из хлопчатобумажных нитей длиной не более 150 мм;

смесь хромовую, 4—5 %-ный раствор двухромовокислого калия по ГОСТ 4220 в концентрированной серной кислоте по ГОСТ 4204;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

фильтры бумажные;
весы лабораторные любого типа с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Определение содержания серы необходимо проводить в проветренном помещении, в месте, защищенном от резких колебаний воздуха. В помещении не должны проводиться работы с сернистыми соединениями и концентрированными кислотами.

2.2. Перед сборкой аппарата, ранее не применявшегося, а также в случае образования копоти на приборе после проведения испытания и не удаляемой механически, его моют хромовой смесью, затем тщательно промывают водопроводной водой, проверяя чистоту отмывки от кислоты по метиловому оранжевому и ополаскивают дистиллированной водой.

2.3. Лампочку и фитиль промывают петролейным эфиром или бензином и высушивают. В лампочку вставляют фитильную трубочку или же пробу с фитильной трубочкой, через которую пропущен фитиль. Нижний конец фитиля помещают по окружности дна лампочки, наружный конец его срезают на уровне верхнего края фитильной трубочки и закрывают колпачком.

При сжигании легколетучих продуктов фитиль необходимо вставлять плотно, при сжигании менее летучих продуктов — более свободно. При каждом испытании необходимо использовать новый фитиль.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Нефтепродукты, горящие в лампочке некоптящим пламенем и сгорающие без остатка, сжигают без разбавления.

Нефтепродукты, которые в чистом виде не горят или плохо горят, или дают сильную копоть (продукты термического и каталитического крекинга и продукты с повышенным содержанием ароматических и непредельных углеводородов), сжигают с разбавлением.

2.5. Заполнение лампочек испытуемым нефтепродуктом.

2.5.1. Заполнение лампочек при сжигании без разбавления

Испытуемый нефтепродукт наливают пипеткой или цилиндром в лампочку, подготовленную по п. 2.3, в следующих количествах:

4—5 $см^3$ — авиационного бензина или его компонентов автомобильного бензина с массовой долей серы ниже 0,1 %;

2—3 $см^3$ — керосина, реактивного и дизельного топлива.

Лампочки закрывают колпачком и взвешивают с погрешностью не более 0,0004 г.

2.5.2. Заполнение лампочки при сжигании с разбавлением

В лампочку, предварительно взвешенную (с колпачком, но без фитиля и фитильной трубочки) и подготовленную по п. 2.3, наливают испытуемый продукт в количествах, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Наименование нефтепродукта	Проба для анализа, $см^3$	Соотношение объемов растворителя и нефтепродукта
Бензин и его компоненты	От 1,0 до 3,0	1:1, 2:1 или 3:1
Дизельные топлива	» 0,9 » 1,0	3:1 или 4:1
Масла с кинематической вязкостью до $10 \cdot 10^{-6}$ $м^2/с$ при 100 °С	» 2,0 » 2,3	3:1
Масла с кинематической вязкостью свыше $10 \cdot 10^{-6}$ $м^2/с$ при 100 °С	» 0,9 » 1,0	7:1

Лампочку закрывают колпачком, взвешивают и добавляют растворитель в таком соотношении по объему, чтобы смесь хорошо горела и не образовывала копоти.

После разбавления и полного растворения нефтепродукта вставляют фитильную трубочку с фитилем.

2.5.1, 2.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2.5.3. При испытании парафинистых нефтепродуктов продукт разогревают и в расплавленном состоянии заливают в предварительно взвешенную лампочку (без фитильной трубочки и фитиля), охлаждают до комнатной температуры, взвешивают и добавляют растворитель. Лампочку закрывают

колпачком, ставят на водяную баню и выдерживают до полного растворения продукта, затем лампочку вынимают из бани, вставляют фитильную трубочку и дальнейшее определение проводят по разд. 3.

2.5.4. Если массовая доля серы в испытуемом нефтепродукте свыше 2,5 %, объем пробы уменьшают до 0,4—0,5 $см^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5.5. Массу испытуемого нефтепродукта определяют следующим образом:

для нефтепродуктов, которые сгорают без разбавления, — по разности масс лампочки с нефтепродуктом до испытания и лампочки после испытания;

для нефтепродуктов, которые горят с разбавлением, — по разности масс лампочки с нефтепродуктом и лампочки, взвешенной перед испытанием.

Все взвешивания проводят с погрешностью не более 0,0004 г.

2.6. Для нефтепродуктов, сгорающих без разбавления, ставят контрольный опыт, наливая в одну из лампочек (без взвешивания) 4—5 $см^3$ спирта. Для нефтепродуктов, сгорающих с разбавлением, проводят контрольный опыт, наливая в лампочку (без взвешивания) растворитель в количестве, взятом для разбавления нефтепродукта, учитывая 2 $см^3$ на промывку фитиля.

2.7. При применении аппарата типа ОСУ пробу нефтепродукта помещают равномерно в три лампочки. Для контрольного опыта растворитель помещают также в три лампочки.

При разногласиях, возникающих в оценке качества продукции, применяют аппарат типа ОС.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.8. Собирают аппараты, каплеуловители соединяют между собой с помощью резиновых трубок и тройников. Всю систему аппаратов присоединяют к насосу, создающему разряжение.

2.9. В абсорберы аппаратов пипеткой или из бюретки наливают 10 $см^3$ раствора углекислого натрия и 15 $см^3$ дистиллированной воды при массовой доле серы в нефтепродукте до 0,5 % и 25 $см^3$ раствора углекислого натрия — при массовой доле серы в нефтепродукте свыше 0,5 %.

Абсорберы устанавливают в подставки и соединяют с каплеуловителями и ламповыми стеклами. На резиновые трубки между каплеуловителями и тройниками надевают винтовые зажимы.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. После того как аппараты собраны, приводят в действие насос и устанавливают равномерное всасывание воздуха через все абсорберы. Затем снимают с лампочек колпачки, зажигают все лампочки и ставят их под ламповые стекла так, чтобы края фитильных трубочек находились не более чем на 8 мм выше нижнего края ламповых стекол.

Зажигание проводят поднесением пламени спиртовки, свободным от серы, к каждой установленной лампочке с испытуемым нефтепродуктом. Зажигание лампочек спичками не допускается.

Высоту пламени каждой лампочки устанавливают 6—8 мм.

Высоту пламени регулируют легким постукиванием лампочки для его уменьшения или вытягиванием иглой фитиля погашенной лампочки для его увеличения.

Скорость всасывания воздуха поддерживают одинаковой во всех абсорберах и регулируют ее зажимами так, чтобы пламя не коптило и чтобы брызги не забрасывало в каплеуловители.

3.2. Испытуемый нефтепродукт в каждой лампочке сжигают полностью. После сжигания разбавленного нефтепродукта в лампочку снова наливают по 1 $см^3$ растворителя дважды, который также сжигают полностью.

3.3. По окончании сжигания дополнительной порции растворителя лампочку гасят, закрывают ее колпачком и через 3—5 мин выключают насос.

Лампочку в контрольном опыте гасят одновременно с окончанием сжигания растворителя в лампочках с пробами.

3.4. Аппарат разбирают, каплеуловитель, ламповое стекло и верхнюю часть абсорбера тщательно промывают струей дистиллированной воды, подкрашенной метиловым оранжевым (7 $см^3$ на 1 $дм^3$ воды) и сливают в абсорбер, в котором проводилось поглощение окислов серы раствором углекислого натрия. Промывку каждого аппарата проводят небольшими порциями, расходуя 50—70 $см^3$ дистиллированной воды, и считают законченной, если промывные воды не окрашены в розовый цвет.

3.5. Растворы в абсорберах перемешивают при помощи водоструйного насоса, груши или воздуха, присоединяя их к большому резервуару абсорбера посредством пробки с пропущенной через нее стеклянной трубкой, попеременно перемещая раствор из одного резервуара в другой. Если при

этом раствор в абсорбере окрашивается в розовый цвет, испытания повторяют с меньшей навеской нефтепродукта.

3.3—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.6. Первым титруют раствор с продуктами сгорания контрольной жидкости (растворителя или спирта) раствором соляной кислоты до розовой окраски (контрольный опыт.) При титровании растворы перемешивают по п. 3.5.

Затем титруют раствор, содержащий продукты сгорания испытуемого нефтепродукта. Концом титрования считается момент, когда окраска титруемого раствора примет розовый цвет, идентичный цвету оттитрованного контрольного раствора.

3.7. Если расхождение между результатами титрования контрольного раствора до и после сжигания спирта или растворителя превышает 0,05 см^3, то это указывает на загрязненность воздуха серой, помещение проветривают и испытания повторяют.

3.8. Если на титрование израсходовано меньше 3 см^3 (в абсорбер помещено 10 см^3 раствора углекислого натрия) или меньше 6 см^3 (в абсорбер помещено 25 см^3 раствора углекислого натрия) раствора соляной кислоты, то испытание не принимают в расчет и повторяют с меньшей навеской нефтепродукта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}0008 \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.) раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.) раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора после поглощения продуктов сгорания нефтепродукта, см^3;

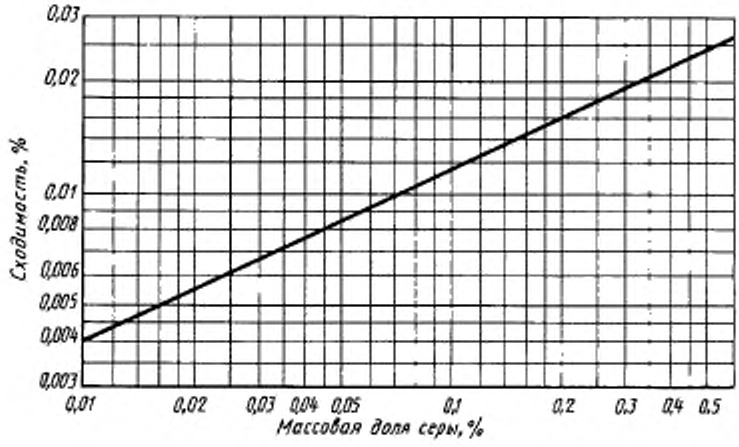
K — поправочный коэффициент к титру 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.) раствора соляной кислоты;

0,0008 — масса серы, эквивалентная 1 см^3 0,05 моль/дм^3 (0,05 н.) раствора соляной кислоты, г;

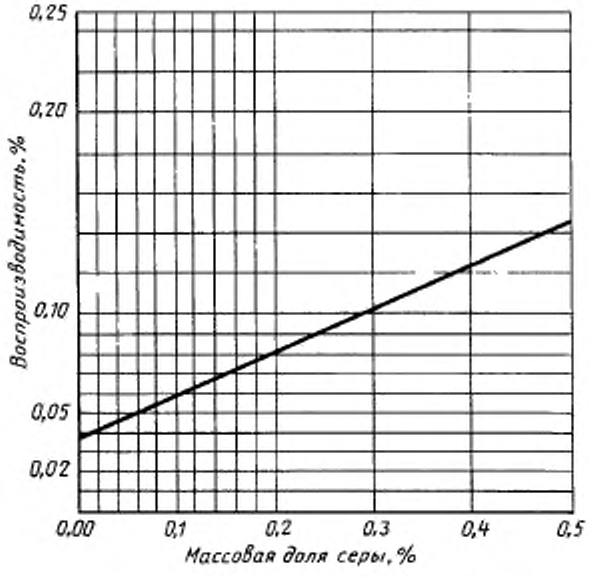
m — масса испытуемого продукта, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. За результат определения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.



Черт. 1



Черт. 2

Два результата определений, полученных одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных на черт. 1 (для массовой доли серы до 0,5 %) и 0,030 % (для массовой доли серы свыше 0,5 %).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3. Два результата испытаний, полученных в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных на черт. 2 (для массовой доли серы до 0,5 %) и 0,12 % (для массовой доли серы свыше 0,5 %).

(Измененная редакция, Изм. № 3, Поправка).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.08.73 № 2121

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3361—81

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1771—48 и ГОСТ 8657—57

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	1.1
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 3118—77	1.1
ГОСТ 4204—77	1.1
ГОСТ 4220—75	1.1
ГОСТ 5962—67	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 18300—87	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 29227—91	1.1
ГОСТ 29251—91	1.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1979 г., апреле 1983 г., июне 1988 г. (ИУС 4—79, 7—83, 10—88), Поправкой (ИУС 2—97)

gost.e-ecolog.ru