Издание официальное

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Нефтепродукты МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ СЖИГАНИЕМ В ЛАМПЕ	ГОСТ 1771—48 Взамен ГОСТ 1771—42 Группа Б09

Настоящий стандарт распространяется на метод определения содержания серы в нефтепродуктах сжиганием в лампе, с последующим улавливанием образовавшегося сернистого ангидрида и определением его объемным способом.

Метод предназначается для определения суммарного содержания серы в легких нефтепродуктах с упругостью паров до 600 *мм рт. ст.* включительно (бензин, керосин, дизельное топливо и т. п.), которые в чистом виде или после разбавления их бензином сгорают без остатка в лампе.

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения применяется следующая аппаратура:

а) аппараты для определения содержания серы в нефтепродуктах по ГОСТ 1572—67;

б) колба для отсасывания вместимостью 500—1000 *мл*;

в) паук стеклянный с двумя отводами;

г) посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—64:
бюретка вместимостью 25 *мл*,
пипетки вместимостью 2 *мл*, 5 *мл* и 10 *мл*;

д) промывалка;

е) водоструйный или иной насос, создающий разрежение.

2. Для анализа необходимы следующие реактивы и материалы:

а) кислота соляная «х. ч.» или «ч. д. а.» по ГОСТ 3118—46, 0,05 н титрованный раствор;

б) натрий углекислый «х. ч.» или «ч. д. а.» по ГОСТ 84—41, 0,3%-ный водный раствор;

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

г) спирт этиловый ректификованный 95—96%-ный по ГОСТ 5962—67;

Внесен Министерством нефтяной промышленности восточных районов СССР	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 3/VII 1948 г.	Срок введения 1/X 1948 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

д) бензин бессернистый (с содержанием серы не более 0,005%), выкипающий в пределах 80—120° С;

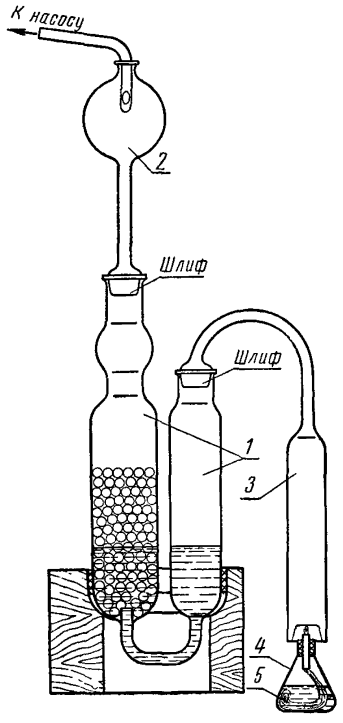
е) эфир петролейный;

ж) спирт этиловый денатурированный;

з) вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

и) бусы стеклянные диаметром 5—6 *мм* или кусочки стеклянных палочек длиной 8—10 *мм* и диаметром 5—6 *мм* из химически стойкого стекла;

к) фитиль из хлопчатобумажных нитей с фитильной трубочкой.



II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3. Определение содержания серы необходимо проводить в провентилированном помещении, защищенном от резких колебаний воздуха.

4. Перед сборкой аппарата (схема сборки показана на чертеже) абсорбер *1*, брызгоуловитель *2* и ламповое стекло *3* тщательно промывают и ополаскивают дистиллированной водой.

Лампочку *4* и фитиль *5* промывают петролейным эфиром и высушивают.

5. Заполнение лампочек испытуемым нефтепродуктом производят следующим образом:

а) Нефтепродукты, которые сгорают в лампочке аппарата некоптящим пламенем, наливают в чистую и сухую лампочку (без предварительного взвешивания) в следующих количествах:

малосернистые (с содержанием серы до 0,05%) низкокипящие продукты (авиационный бензин и его компоненты) наливают в количестве 4—5 *мл*;

сернистые (с содержанием серы более 0,05%) и высококипящие продукты (автомобильный бензин, керосин и др.) наливают в количестве 1,5—3 *мл* (в зависимости от содержания серы).

Лампочку закрывают пробкой с фитильной трубочкой, через которую пропущен фитиль. Нижний конец фитиля располагают по окружности дна лампочки. После того, как фитиль пропитается испытуемым продуктом, наружный конец его срезают заподлицо с верх-

ним краем фитильной трубочки, лампочку зажигают, устанавливают высоту пламени 5—6 *мм*, а затем пламя гасят, лампочку закрывают колпачком и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0004 *г*.

Таким же способом заполняют испытуемым продуктом вторую лампочку, а третью лампочку наполняют этиловым спиртом (без взвешивания).

б) Нефтепродукты, которые в чистом виде дают при сгорании в лампочке аппарата сильную копоть (продукты пиролиза, каталитического крекинга и т. п., имеющие повышенное содержание ароматических или непредельных углеводородов), а также высококипящие нефтепродукты, как, например, дизельное топливо, наливают в количестве 1—2 *мл* в предварительно взвешенную вместе с фитилем и колпачком чистую и сухую лампочку и снова взвешивают. Взвешивание производят с точностью до 0,0004 *г*.

После взвешивания в лампочку добавляют бессернистый бензин в отношении 1 : 1 или 2 : 1, а в случае необходимости 3 : 1 (по объему) с таким расчетом, чтобы смесь сгорала в лампочке аппарата некоптящим пламенем. Объемы испытуемого нефтепродукта и бессернистого бензина берут с таким расчетом, чтобы объем смеси составил 4—5 *мл*.

Таким же способом наполняют испытуемым продуктом вторую лампочку, а третью лампочку наполняют бессернистым бензином (без взвешивания).

6. Колбу для отсасывания соединяют при помощи вакуумной резиновой трубки с водоструйным или иным насосом, создающим разрежение, и вставляют в горло колбы через резиновую пробку отросток стеклянного паука. Оттянутые концы отводов паука соединяют при помощи резиновой вакуумной трубки с брызгоуловителями *2*.

Большие сосуды абсорберов *1* заполняют на $^2/_3$ стеклянными палочками или бусами, тщательно вымытыми дистиллированной водой, наливают в них из бюретки точно по 10 *мл* 0,3%-ного раствора углекислого натрия и по 10 *мл* дистиллированной воды, устанавливают абсорберы в деревянные подставки и соединяют их с брызгоуловителями *2*. Затем абсорберы *1* соединяют с ламповыми стеклами *3*.

На резиновые трубки между колбой для отсасывания и насосом и между брызгоуловителями и пауком надевают винтовые зажимы.

III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7. После того как аппараты собраны, приводят в действие насос и устанавливают легкое равномерное просасывание 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 сте-

кол. Для зажигания лампочек пользуются пламенем, свободным от серы, например, пламенем спиртовки, а зажигание лампочек спичками не допускается.

Высоту пламени каждой лампочки устанавливают равной 6—8 *мм*. Регулирование высоты пламени производят легким постукиванием лампочки, если пламя надо уменьшить, или вытягиванием иглой фитиля погашенной лампочки, если пламя надо увеличить.

Скорость просасывания воздуха поддерживают равномерной во всех абсорберах и регулируют ее зажимами таким образом, чтобы пламя не коптило и чтобы брызги не забрасывало в брызгоуловители.

8. Испытуемый нефтепродукт в каждой лампочке сжигают полностью. После сжигания разбавленного нефтепродукта в лампочку снова наливают 1—2 *мл* бессернистого бензина, который также сжигают полностью.

9. По окончании сжигания испытуемого нефтепродукта (а в случае разбавления по окончании сжигания дополнительной порции бессернистого бензина) лампочки гасят, накрывают их колпачками и через 3—5 *мин* выключают насос.

10. Аппараты разбирают, брызгоуловители, ламповые стекла и верхние части абсорберов тщательно промывают струей дистиллированной воды из промывалки, собирая промывные воды в соответствующие абсорберы, в которых проводилось поглощение сернистого ангидрида раствором углекислого натрия. На промывку каждого аппарата расходуют 50—70 *мл* дистиллированной воды.

11. К раствору в каждом абсорбере прибавляют по 1—2 капли раствора метилового оранжевого. Если при этом раствор в абсорбере окрашивается в розовый цвет, анализ аннулируют и повторяют испытание, сжигая меньшее количество испытуемого нефтепродукта.

12. После прибавления метилового оранжевого растворы в абсорберах титруют 0,05 н раствором соляной кислоты. Для перемешивания во время титрования присоединяют к большому резервуару каждого абсорбера (посредством пробки с пропущенной стеклянной трубкой) резиновую трубку и при помощи резиновой груши или ртом раствор попеременно перемещают из одного резервуара абсорбера в другой.

Первым титруют раствор с продуктами сгорания контрольной жидкости (спирта или бензина) до розового окрашивания (контрольный опыт).

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

Примечание. Расхождение между результатами титрования контрольного раствора до и после сжигания спирта (или бессернистого бензина) не должно превышать 0,05 *мл*. Расхождение больше указанной величины свидетельствует о загрязненности воздуха серой. В таком случае опыт аннулируют, помещение проветривают и производят определение заново.

13. Вес сгоревшего испытуемого нефтепродукта определяют следующим образом.

а) При сжигании испытуемого нефтепродукта без разбавления лампочку по окончании сжигания взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0004 *г* и вычисляют вес сгоревшего испытуемого нефтепродукта как разность между весом лампочки с навеской продукта до испытания и весом лампочки после его сжигания.

б) При сжигании разбавленного испытуемого нефтепродукта вес сгоревшего продукта вычисляют как разность между весом лампочки с навеской продукта и весом чистой и сухой лампочки, взвешенной перед испытанием.

IV. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

14. Содержание серы в испытуемом нефтепродукте в весовых процентах (X) вычисляют по формуле:

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

где:

V — количество раствора соляной кислоты, пошедшего на титрование контрольного раствора, в *мл*;

V_1 — количество раствора соляной кислоты, пошедшего на титрование раствора после поглощения продуктов сгорания испытуемого нефтепродукта, в *мл*;

K — поправочный коэффициент к титру 0,05 н соляной кислоты;

0,0008 — вес серы, эквивалентный 1 *мл* 0,05 н раствора соляной кислоты, в *г*.

G — вес сгоревшего испытуемого нефтепродукта в *г*.

15. Содержание серы в испытуемом нефтепродукте вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

V. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

16. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 5% от величины меньшего результата.

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—42.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ОСТ НКПП 278.
ГОСТ 1572—67 введен взамен ГОСТ 1572—42.

gost.e-ecolog.ru