Издание официальное

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Топливо для реактивных двигателей МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРОВОДОРОДА ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ СПОСОБОМ Jot fuel. Method for the determination of sulphurated hydrogen by potentiometric titration	ГОСТ 11064—64 Группа Б19

Метод определения содержания сероводорода в топливе для реактивных двигателей заключается в определении разности потенциалов сульфидсеребряного электрода в испытуемом образце топлива до и после щелочной обработки.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на топливо для реактивных двигателей.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При определении содержания сероводорода потенциометрическим способом применяют следующую аппаратуру, реактивы и материалы.

Потенциометр ЛП-5, ЛП-58, ЛП-57 или другой ламповый потенциометр.

Электроды: насыщенный каломельный и сульфидсеребряный.

Каломельный электрод сравнения поставляется заводами—поставщиками потенциометров; этот электрод хранят в насыщенном растворе хлористого калия.

Сульфидсеребряный электрод готовят по п. 2.

Приспособление для подвески электродов с механической мешалкой.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64;
колбы мерные номинальной вместимостью 1000 *мл*;
цилиндры измерительные номинальной вместимостью 25 и 50 *мл*;
микробюретка номинальной вместимостью 2—5 *мл*.

Стекла часовые.

Стаканчики стеклянные диаметром 60 *мм*, высотой 70 *мм* с крышкой из органического стекла, имеющей отверстия для электродов, мешалки, микробюретки и капилляра для ввода азота.

Капилляры стеклянные для пропускания азота.

Воронка делительная номинальной вместимостью 100 *мл*.

Внесен Государственным комитетом нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности при Госплане СССР	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 23/X 1964 г.	Срок введения 1/IV 1965 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Емкость для азота — камера резиновая футбольная.

Редуктор азотный.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—52.

Натр едкий по ГОСТ 4328—66, «х. ч.» или «ч. д. а.».

Спирт этиловый ректификованный гидролизный высшей очистки или по ГОСТ 5962—67, дополнительно очищенный. Для очистки к 1000 *мл* спирта прибавляют 20—25 *г* едкого натра и оставляют стоять на 10—12 *ч*, после чего спирт сливают декантацией и перегоняют с елочным дефлегматором.

Бензол по ГОСТ 5955—51, «х. ч.» (для криоскопии).

Аммиакат серебра азотнокислый, 0,01 н раствор; готовят следующим образом: на часовом стекле взвешивают 1,7 *г* азотнокислого серебра с точностью до 0,0002 *г* и осторожно смывают его дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*. В колбу приливают 25 *мл* водного аммиака, после чего приливанием дистиллированной воды при периодическом перемешивании раствор в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают.

Растворитель щелочной; готовят следующим образом: 10 *г* уксуснокислого натрия растворяют в 600 *мл* очищенного этилового спирта. К полученному раствору приливают 400 *мл* бензола и перемешивают. Уксуснокислый натрий при этом полностью не растворяется.

Азот по ГОСТ 9293—59, сжатый в баллоне.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Проволока серебряная диаметром 0,5—1,0 *мм* из серебра марки Ср 999,9 или Ср 999 по ГОСТ 6836—54.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Приготовление сульфидсеребряного электрода. Для приготовления сульфидсеребряного электрода серебряную проволоку длиной не менее 30 *мм* припаивают к зачищенному концу медного одножильного изолированного провода длиной около 500 *мм*. Второй конец медного провода припаивают к штеккеру, вставляемому в гнездо потенциометра с пометкой «СТ».

Соединенные проводники (неизолированные) пропускают через узкую стеклянную трубку (длиной 120—140 *мм*), плотно вставленную в резиновую пробку.

Проводники вставляют в стеклянную трубку так, чтобы серебряная проволока выступала за обрез трубки на 15—20 *мм*.

Медный провод соединяют со стеклянной трубкой с помощью менделеевской замазки или клея БФ-2.

С обратной стороны (где проходит серебряная проволока) в стеклянную трубку наливают тугоплавкий парафин или плотно наби-

вают ее фильтровальной бумагой так, чтобы она помещалась в середине трубки, но не находилась близко к ее краю.

Выступающий конец серебряной проволоки шлифуют до блеска тонким шлифпорошком (или шлифовальной шкуркой) и помещают в раствор, содержащий 10 *мл* 1%-ного раствора сернистого натрия в 90 *мл* метилового спирта, насыщенного уксуснокислым натрием. К раствору приливают по каплям в течение 10—15 *мин* при помешивании 10 *мл* 0,1 н раствора азотнокислого серебра.

Затем электрод выдерживают в течение 5 *мин* в 0,01 н растворе азотнокислого серебра (для удаления избытка сульфида), промывают дистиллированной водой и слегка шлифуют тряпочкой с шлифпорошком. Электрод хранят в стакане с дистиллированной водой, погружая его на глубину, обеспечивающую покрытие водой обработанной поверхности серебряной проволоки.

3. Подготовка прибора. Собирают электродную ячейку и соединяют электроды с ламповым потенциометром. За 5—10 *мин* до начала работы потенциометр включают в электросеть и регулируют его в соответствии с инструкцией, приложенной к потенциометру. Устанавливают нулевую точку гальванометра и настраивают прибор по нормальному элементу.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Перед анализом испытуемого топлива производят подготовку прибора в соответствии с п. 3.

5. В стеклянный стаканчик наливают 45 *мл* щелочного растворителя и устанавливают его под электроды. Вводят в растворитель стеклянный капилляр, соединенный посредством резиновой трубки с емкостью для азота, и пропускают через растворитель азот в течение 10 *мин*. Одновременно пускают мешалку, регулируя скорость вращения ее примерно на 200 *об/мин*.

Затем замеряют потенциал электродов в щелочном растворителе. Если потенциал отрицательный, стаканчик с растворителем убирают из-под электродов, а электроды погружают для снятия отрицательного потенциала на 2—3 *мин* в 0,01 н раствор азотнокислого амминаката серебра, после чего их тщательно промывают дистиллированной водой, а затем щелочным растворителем.

6. В стаканчик со щелочным растворителем наливают 5 *мл* испытуемого топлива и производят замер и снятие отрицательного потенциала сульфидсеребряного электрода, как указано в п. 5.

7. В делительную воронку наливают 15 *мл* 2%-ного раствора едкого натра и 15 *мл* испытуемого топлива и содержимое воронки тщательно взбалтывают в течение 3 *мин*. После полного разделения слоев нижний щелочной слой спускают, а топливо промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции, проверяя водную вытяжку раствором фенолфталеина.

8. В стаканчик наливают 45 *мл* щелочного растворителя и 5 *мл* испытуемого топлива, очищенного 2%-ным раствором едкого натра, и производят замер и снятие отрицательного потенциала сульфид-серебряного электрода, как указано в п. 5.

Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

9. Разность потенциалов сульфидсеребряного электрода до и после щелочной обработки испытуемого топлива (X) в *мв* вычисляют по формуле:

$$X = A - A_1,$$

где:

A — потенциал сульфидсеребряного электрода в испытуемом топливе в *мв*;

A_1 — потенциал сульфидсеребряного электрода в испытуемом топливе, обработанном 2%-ным раствором щелочи, в *мв*.

Разность потенциалов 100 *мв* и более указывает на присутствие сероводорода в испытуемом топливе.

Разность потенциалов менее 100 *мв* указывает на отсутствие сероводорода в испытуемом топливе.

Замена

ГОСТ 3760—64 введен взамен ГОСТ 3760—47.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.

---

gost.e-ecolog.ru