Издание официальное

СССР

Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Нефтепродукты и присадки ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ ХРОМАТНЫМ СПОСОБОМ

Petroleum products and additives. The determination of sulfur content by chromate method

ГОСТ 1431—64

Взамен ГОСТ 1431—49

Группа Б09

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания серы в смазочных маслах, маслах с присадками, присадках, нефтяном топливе (мазуте) и других тяжелых нефтепродуктах. Метод заключается в сжигании нефтепродукта в тигле со смесью перекиси марганца и безводного углекислого натрия, растворении образовавшихся сульфатов в воде и определении в полученном растворе содержания серы объемным хроматным способом.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефтепродукты.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения применяются следующие аппаратура и реактивы.

Электрический муфель с устойчивой температурой не ниже 800° С с отверстиями в передней и задней стенках; температуру в муфеле регулируют при помощи реостата или терморегулятора.

Термопара хромель-алюмель по ГОСТ 3044—61 и милливольтметр с градуировкой шкалы до 1000° С.

Электрические плитки или газовые горелки.

Тигельные щипцы длиной 350 *мм*.

Фарфоровые тигли низкие № 4 по ГОСТ 9146—59.

Стаканы и колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—63:
стаканы вместимостью 300, 500, 1000 и 2000 *мл*;
колбы конические с нормальными шлифами вместимостью 250 *мл*.

Меры вместимости стеклянные по ГОСТ 1770—64:
цилиндры измерительные с носиком вместимостью 500 *мл*;
колба измерительная вместимостью 250 *мл*.

Промывалка вместимостью 500—1000 *мл* с резиновой грушей.

Воронки стеклянные под углом 60° диаметром 50—65 *мм*.

Внесен Государственным комитетом химической и нефтяной промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 24/I 1964 г.

Срок введения 1/VII 1964 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Металлические или стеклянные палочки длиной 150—200 *мм* и диаметром 3—4 *мм* с оплавленными концами.

Штатив для фильтрования (полка на подставке с круглыми прорезами для воронок).

Баня для подогрева водяная или песочная.

Тщательно перемешанная смесь одной весовой части безводного углекислого натрия по ГОСТ 83—63, «х. ч.» или «ч. д. а.», и двух весовых частей перекиси марганца по ГОСТ 4470—48, «ч. д. а.».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.» или «ч. д. а.».

Кислота соляная, разведенная 1 : 1, «х. ч.» или «ч. д. а.».

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 8—10%-ный водный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—65, 10%-ный водный раствор.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, «ч. д. а.» или «х. ч.», 0,05 н титрованный раствор (титр определяют титрованием навесок йода, растворенных в йодистом калии в присутствии крахмала).

Крахмал 1%-ный водный раствор, свежеприготовленный.

Метиловый оранжевый, 0,05%-ный водный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63,3%-ный водный раствор.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—65.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—65, «х. ч.» или «ч. д. а.».

Фильтры «синяя лента» диаметром 110 *мм*.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—66.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Приготовление взвеси хромовокислого бария. В стеклянный стакан вместимостью 1000 *мл* берут с точностью до 0,01 *г* навеску 19,44 *г* хромовокислого калия и в другой стакан вместимостью 2000 *мл* — навеску 24,44 *г* хлористого бария. В каждый стакан наливают по 1 *л* дистиллированной воды и доводят растворы до кипения. Полученный раствор хромовокислого калия количественно соединяют с раствором хлористого бария и после отстоя образовавшегося осадка хромовокислого бария сливают прозрачный слой воды.

Осадок хромовокислого бария количественно переносят в мерный цилиндр вместимостью 500 *мл* и промывают дистиллированной водой до тех пор, пока в промывных водах при добавлении азотнокислого серебра реакция на присутствие иона хлора не будет отрицательная.

3. Пробу испытуемого нефтепродукта перемешивают 6-минутным встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на $^3/_4$ емкости. Вязкие и парафинистые нефтепродукты предварительно нагревают.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. В фарфоровый тигель берут с точностью до 0,0002 *г* навеску испытуемого нефтепродукта:

при содержании серы до 1%	1 *г*
» » » от 1 до 3%	0,5 *г*
» » » » 3 » 5%	0,25 *г*
» » » » 5% и более	0,1 *г*

Добавляют в тигель 2 *г* взвешенной с точностью до 0,01 *г* смеси углекислого натрия и перекиси марганца (1 : 2), тщательно перемешивают содержимое тигля металлической или стеклянной палочкой, после чего добавляют еще 1 *г* смеси.

5. Тигель со смесью переносят в холодный муфель, который затем медленно в течение 2 *ч* нагревают до 800° С и при этой температуре прокаливают смесь еще 2 *ч*.

6. По окончании прокаливания тигель охлаждают, разрыхляют содержимое его металлической или стеклянной палочкой, добавляют немного дистиллированной воды и количественно переносят в стакан вместимостью 300—500 *мл*. Добавляют в стакан до 100 *мл* горячей дистиллированной воды и ставят на 1 *ч* в кипящую водяную баню.

7. После охлаждения содержимое стакана фильтруют в коническую колбу вместимостью 250 *мл* через бумажный фильтр, предварительно смоченный горячей водой, следя за тем, чтобы фильтр плотно прилегал к стенкам воронки. Осадок на фильтре промывают 4—5 раз небольшими порциями дистиллированной воды (промывные воды собирают в ту же колбу) и затем доводят объем фильтрата в колбе до 100 *мл*.

При анализе нефтепродуктов с содержанием серы более 1% содержимое стакана фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 *мл* и после промывания осадка на фильтре доводят объем фильтрата до метки, а затем пипеткой переливают 100 *мл* фильтрата в коническую колбу вместимостью 250 *мл*.

8. Фильтрат в конической колбе в присутствии двух капель индикатора метилового оранжевого нейтрализуют раствором соляной кислоты (1 : 1), добавляя ее по каплям из пипетки. Отмечают точно момент нейтрализации и добавляют еще 3—4 капли раствора соляной кислоты.

9. В колбу с нейтрализованным фильтратом добавляют 5 *мл* взвеси хромовокислого бария и помещают ее в кипящую водяную баню на 30 *мин*, периодически взбалтывая содержимое колбы. Раствор в колбе должен приобрести оранжево-желтый цвет.

10. Содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и нейтрализуют 8—10%-ным раствором аммиака до перехода оранжево-желтого цвета раствора в лимонно-желтый. После этого добавляют в колбу еще две капли раствора аммиака, дают отстояться осадку и фильтруют раствор через бумажный фильтр, смоченный горячей

водой, в коническую колбу. Осадок в колбе промывают 3—4 раза небольшими порциями дистиллированной воды и фильтруют промывные воды после отстоя осадка через тот же фильтр.

11. К фильтрату в колбе добавляют 10 *мл* 10%-ного раствора йодистого калия, затем 3 *мл* концентрированной соляной кислоты, быстро закрывают колбу пробкой и ставят на 5 *мин* в баню с холодной водой в темном месте.

12. Выделившийся йод оттитровывают 0,05 н раствором тиосульфата натрия. Перед концом титрования добавляют 1—2 *мл* 1%-ного раствора крахмала (окраска не должна возвращаться в течение 40 *сек*).

13. Параллельно с испытуемыми пробами титруют тиосульфатом натрия контрольную пробу. Для этого в 100 *мл* дистиллированной воды добавляют 3—4 капли раствора соляной кислоты (1 : 1) и 5 *мл* взвеси хромовокислого бария и ведут анализ в соответствии с пп. 9—12.

14. В соответствии с пп. 4—12 производят два контрольных определения содержания серы в смеси перекиси марганца и углекислого натрия, но без навески нефтепродукта. Среднее арифметическое результатов двух контрольных определений принимают за содержание серы в применяемой для анализа смеси. Содержание серы в смеси не должно превышать 0,07%.

Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

15. Содержание серы в испытуемом нефтепродукте в процентах (S) вычисляют по формулам.

а) Для продуктов с содержанием серы до 1% (на титрование берут весь фильтрат)

$$S = \frac{(V_1 - V_2)\,K \cdot 0{,}00053 \cdot 100}{G} - S_{см},$$

где:

V_1 — объем 0,05 н тиосульфата натрия, пошедший на титрование испытуемого нефтепродукта, в *мл*;

V_2 — объем 0,05 н тиосульфата натрия, пошедший на титрование контрольной пробы (100 *мл* воды), в *мл*;

K — поправочный коэффициент к титру 0,05 н раствора тиосульфата натрия;

0,00053 — содержание серы, эквивалентное 1 *мл* точно 0,05 н раствора тиосульфата натрия, в *г*;

G — навеска нефтепродукта в *г*;

$S_{см}$ — содержание серы в весовых процентах в смеси перекиси марганца и углекислого натрия.

б) Для высокосернистых продуктов (когда объем фильтрата доводят до 250 *мл* и берут на титрование 100 *мл*).

$$S = \frac{(V_1 - V_2)\,K \cdot 0{,}00053 \cdot 100 \cdot 250}{G\ 100} - S_{см}.$$

Содержание серы в безводном нефтепродукте в весовых процентах (S_1) определяют по формуле:

$$S_1 = \frac{S \cdot 100}{100 - W},$$

где:

S — содержание серы в испытуемом нефтепродукте в весовых процентах;

W — содержание серы в испытуемом нефтепродукте в процентах, определенное по ГОСТ 2477—65.

Д. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ПРИ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЯХ

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

17. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать следующих величин.

Содержание серы в %	Допускаемые расхождения в %
До 0,5	0,03
От 0,5 до 1,0	0,05
» 1,0 и более	0,1

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 3760—64 введен взамен ГОСТ 3760—47.
ГОСТ 4232—65 введен взамен ГОСТ 4232—48.
ГОСТ 4459—65 введен взамен ГОСТ 4459—48.
ГОСТ 4108—65 введен взамен ГОСТ 4108—48.
ГОСТ 12026—66 введен взамен ГОСТ 7246—54, кроме п. 14, подпункта 4.
ГОСТ 2477—65 введен взамен ГОСТ 2477—44.
ГОСТ 4215—66 введен взамен ГОСТ 4215-48.

---

gost.e-ecolog.ru