ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРА

ГОСТ 20242—74

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.892.099.6 : 546.13.06(083.74) Группа Б99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ

Метод определения хлора

Additives and oils containing additives.
Method for determination of chlorine

ГОСТ 20242—74*

Взамен
ГОСТ 7188—54
и ГОСТ 9427—60

ОКСТУ 0209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 октября 1974 г. № 2301 срок введения установлен

с 01.01.77

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.85 № 4352 срок действия продлен

до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания хлора свыше 0,1% в присадках и маслах с присадками.

Сущность метода заключается в сжигании испытуемого нефтепродукта в калориметрической бомбе в атмосфере кислорода с поглощением продуктов сгорания раствором углекислого натрия и последующем титровании раствором азотнокислой окисной ртути в присутствии индикатора дифенилкарбазона.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При проведении испытаний применяются:

бомбы калориметрические, самоуплотняющиеся ЛБС или другого типа. Каждая калориметрическая бомба должна иметь свидетельство об испытании ее гидростатическим давлением на 10,0 МПа (100 кгс/см²).

Допускается проводить испытание на установке типа СБ в соответствии с инструкцией по эксплуатации установки;

трансформатор для получения тока напряжением 10—12 В или другой источник тока указанного напряжения для зажигания навески испытуемого продукта;

редуктор кислородный по ГОСТ 13861—80;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Переиздание (январь 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в ноябре 1980 г. и декабре 1985 г. (ИУС 1—81, 4—86).*

© Издательство стандартов, 1988

манометр высокого давления (ГОСТ 8625—77) на 25,0—30,0 МПа (250—300 кгс/см^2) (предельное давление) для измерения давления в кислородном баллоне и манометр низкого давления на 3,0—4,0 МПа (30—40 кгс/см^2) (предельное давление 6,0—7,5 МПа (60—75 кгс/см^2);

трубки медные цельнотянутые с внутренним диаметром 1—1,5 мм с припаянными к ним ниппелями, служащие для соединения бомбы через манометр с кислородным баллоном;

тигли кварцевые вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 19908—80;

проволока для запала железная, никелиновая, константановая или медная диаметром 0,1—0,3 мм;

стакан типа В, исполнения 1 или 2, вместимостью 250—600 см^3 из стекла ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82;

колбы типа Кн, исполнения 1 или 2, вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336—82;

промывалка с резиновой грушей вместимостью 50—1000 см^3;

меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74:

микробюретка номинальной вместимостью 10 см^3,

пипетка вместимостью 1 см^3,

колба мерная вместимостью 1000 см^3;

эфир петролейный;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч. или ч. д. а., концентрированная и раствор 0,5 моль/дм^3;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 х. ч. или ч. д. а., водный раствор 0,01 моль/дм^3;

дифенилкарбазон (индикатор), 1%-ный спиртовой раствор;

ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—78, х. ч. или ч. д. а., раствор 0,005 моль/дм^3;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч. или ч. д. а., перекристаллизованный и высушенный при 105°С в течение 2 ч;

масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164—78;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислород по ГОСТ 5583—78, сжатый в баллоне;

весы лабораторные, 2-го класса с пределами взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104—80 или аналогичные с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление 0,01 моль/дм^3 раствора азотнокислой окисной ртути

1,623 г азотнокислой окисной ртути, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью

1000 см³, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 3 см³ концентрированной азотной кислоты, объем раствора доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

2.2. Установление поправочного коэффициента к титру 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислой окисной ртути

В три колбы вместимостью 100 см³ помещают по 20 см³ дистиллированной воды и 0,002—0,003 г хлористого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г.

Затем в колбы вносят по 1 см³ раствора азотной кислоты 0,5 моль/дм³ и титруют раствором азотнокислой окисной ртути в присутствии индикатора дифенилкарбазона до появления розовой окраски раствора.

Поправочный коэффициент (K) к титру вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{V \cdot 0{,}000585},$$

где m — масса хлористого натрия, взятое для титрования, г;

V — объем раствора азотнокислой окисной ртути, израсходованный на титрование хлористого натрия, см³;

0,000585 — количество хлористого натрия, соответствующее 1 см³ точно 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислой окисной ртути, г.

2.3. Перед испытанием редуктор, манометры, ниппели и медные трубки должны быть обезжирены. Смазка соединительных частей с баллоном со сжатым кислородом не допускается. В случае загрязнения их смазочным или другим маслом оно должно быть тщательно удалено промыванием бензином, а затем спиртом или эфиром.

Манометр и соединительные медные трубки должны иметь паспорт о проверке гидростатическим давлением.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В кварцевый тигель берут массу присадки или масла с присадкой с погрешностью не более 0,0002 г в зависимости от предполагаемого содержания хлора, пользуясь табл. 1. Если содержание хлора в образце неизвестно, проводят предварительный опыт с массой образца около 0,20 г.

Таблица 1

Содержание хлора, %	Масса нефтепродукта, г
До 1	0,40—1,50
Св. 1 до 2	0,20—0,40
Св. 2 до 5	0,05—0,20
Св. 5	0,02—0,05

3.2. Тигель с массой испытуемого продукта устанавливают в кольцо внутри калориметрической бомбы, на дно которой предварительно наливают 20 $см^3$ раствора углекислого натрия 0,005 моль/$дм^3$ и погружают в продукт среднюю часть запальной проволоки, прикрепленной защищенными концами к токоведущему штифту и кислородоподводящей медной трубке. При небольшой массе, когда запальная проволока не погружается в испытуемый продукт, в тигель добавляют 0,2—0,3 г масла, не содержащего хлор.

3.3. Крышку бомбы завинчивают, ставят бомбу в подставку, присоединяют ее через редуктор или тройник манометра к кислородному баллону и осторожно наполняют бомбу кислородом до давления 3—4 МПа (30—40 кгс/$см^2$). При отсутствии редуктора допускается устанавливать манометр низкого давления на специальную подставку, имеющую предохранительный клапан, отрегулированный до давления 4 МПа (40 кгс/$см^2$).

Когда стрелка манометра остановится на требуемом давлении, закрывают сначала впускной вентиль бомбы, затем вентиль баллона, отключают кислородоподводящую трубку бомбы и закрывают резьбовыми пробками отверстия в крышке бомбы, ведущие к впускному и выпускному вентилям. Бомбу, наполненную кислородом, погружают в водяную баню для проверки на герметичность. При выделении из бомбы пузырьков кислорода, бомбу вынимают из воды и добиваются герметичности, после этого дополняют бомбу кислородом.

3.4. Подключают к наружным клеммам бомбы провода, соединенные с источником тока низкого напряжения (10—12 В), и замыкают на 5—6 с цепь электрического тока. При этом происходит сгорание запальной проволоки и испытуемого продукта. Признаком сгорания продукта служит нагревание корпуса бомбы.

Для охлаждения бомбу выдерживают в водяной бане 10 мин, затем бомбу вынимают из воды, ставят в подставку, прикрепленную к столу, и осторожно открывают выпускной клапан с таким расчетом, чтобы давление в бомбе упало до атмосферного не раньше чем через 5 мин.

Если после пропускания электрического тока не произошло нагревания корпуса бомбы или при отвинчивании крышки бомбы обнаружено неполное сгорание испытуемого продукта, определение считают недействительным и повторяют его заново.

3.5. Раствор из бомбы вместе с кварцевым тиглем переносят в стеклянный стакан вместимостью 250—500 $см^3$, тщательно обмывают с помощью промывалки все внутренние части бомбы дистиллированной водой. Все промывные воды (150—200 $см^3$) собирают в тот же стакан.

Содержимое стакана подкисляют 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствором азотной кислоты и титруют раствором азотнокислой окисной ртути в присутствии 10—15 капель индикатора—дифенилкарбазона до появления розовой окраски.

Перед анализом испытуемого продукта проводят контрольный опыт. Для этого берут медицинское вазелиновое масло и определение проводят как указано выше (но без испытуемого продукта).

3.2—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0003546 \cdot K \cdot 100}{m_1},$$

где V_1 — объем раствора азотнокислой окисной ртути, израсходованный на титрование испытуемого продукта, см³;

V_2 — объем раствора окисной азотнокислой ртути, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

K — поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой окисной ртути;

m_1 — масса испытуемого продукта, сожженного в бомбе, г;

0,0003546 — количество хлора, соответствующее 1 см³ точно 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислой окисной ртути, г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений.

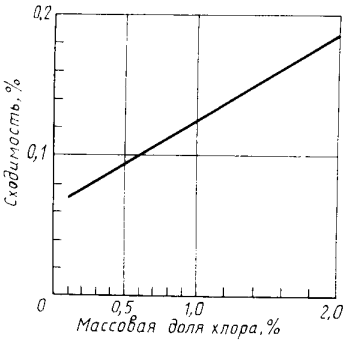
(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1. *Сходимость метода*

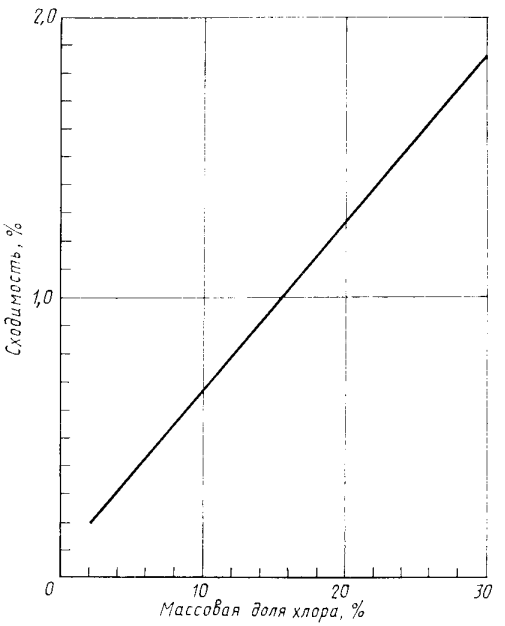
Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения для большего результата, приведенного на черт. 1 и 2.

4.2.2. *Воспроизводительность метода*

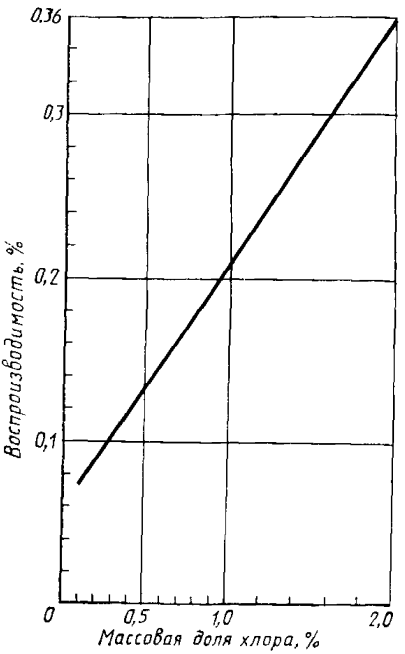
Два результата определений, полученные в двух лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения для большего результата, приведенного на черт. 3 и 4.


0,2
0,1
0
Сходимость, %
0,5
1,0
2,0
Массовая доля хлора, %

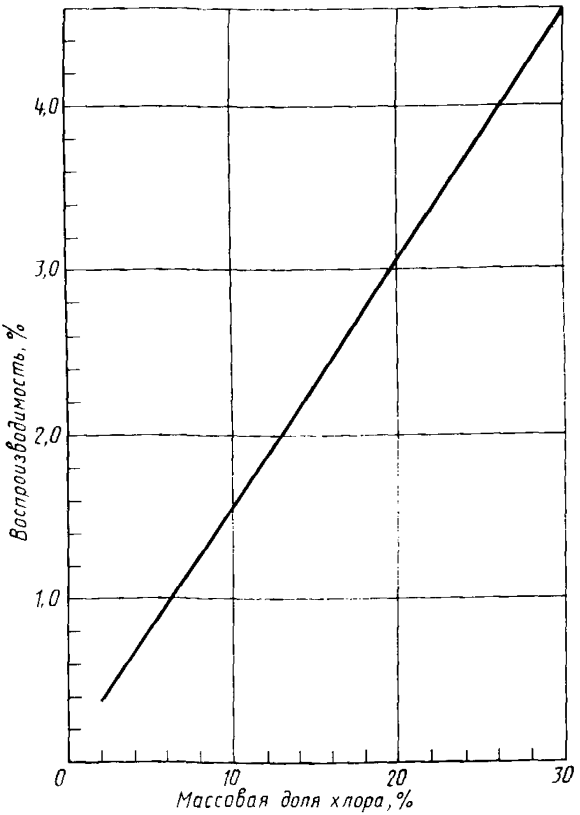
Черт. 1


2,0
1,0
0
Сходимость, %
10
20
30
Массовая доля хлора, %

Черт. 2



Черт. 3



Черт. 4

4.2.1, 4.2.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 07.05.87 Подп. в печ. 20.01.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,69 уч.-изд. л.
Тираж 5000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2456.

Группа Б99

Изменение № 3 ГОСТ 20242—74 Присадки и масла с присадками. Метод определения хлора

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 07.04.92 № 369

Дата введения 01.08.92

Вводная часть. Первый абзац после слова «хлора» дополнить словами: «в массовых долях»;

второй абзац. Заменить слова: «раствором азотно-кислой окисной ртути» на «раствором азотно-кислой 1-водной ртути (II)».

Пункт 1.1. Шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 8625—77 на ГОСТ 2405—88;

после шестого абзаца изложить в новой редакции: «трубки медные цельнотянутые с внутренним диаметром 1,0—1,5 мм с припаянными к ним ниппелями, служащие для соединения бомбы через манометр с кислородным баллоном;

тигли кварцевые вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ 19908—90;

проволока для запала железная, никелиновая, константановая или медная диаметром 0,1—0,3 мм;

стакан типа В, исполнения 1 или 2, вместимостью 250—600 $см^3$ из стекла ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82;

колбы типа Кн, исполнения 1 или 2, вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

промывалка с резиновой грушей вместимостью 50—1000 $см^3$;

меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74;

бюретка 1, 2, 3—2—10—0,05 или 7—2—10—0,02, 6—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74;

(Продолжение см. с. 22)

пипетка вместимостью 1 см³ любого исполнения и пипетка 6,7—2—5—0,05 по ГОСТ 20292—74;

колба мерная вместимостью 1000 см³;

эфир петролейный;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч. или ч. д. а., концентрированная и раствор $c(HNO_3)=0{,}5$ моль/дм³;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79, х. ч. или ч. д. а., водный раствор $c(1/2\ Na_2CO_3)=0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н.);

дифенилкарбазон (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %, по ГОСТ 4919.1—77;

ртуть (II) азотно-кислая 1-водная по ГОСТ 4520—78, х. ч. или ч. д. а., раствор $c\ (1/2Hg(NO_3)_2{\cdot}H_2O)=0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н.);

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х ч. или ч. д. а., перекристаллизованный и высушенный при 105 °С в течение 2 ч.;

масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164—78;

вода дистиллированная pH 5,4—6,6;

кислород по ГОСТ 5583—78, сжатый в баллоне;

весы лабораторные, 2-го класса с пределами взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104—88 или аналогичные с погрешностью не более 0,0002 г;

цилиндр 1,3—25 по ГОСТ 1770—74;

капельница любого исполнения по ГОСТ 25336—82».

Пункт 2.1. Наименование изложить в новой редакции: «2.1. Приготовление раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) $c(1/2Hg(NO_3)_2{\cdot}H_2O)=0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н.)»;

первый абзац. Заменить слова: «1,623 г азотно-кислой окисной ртути» на «(1,7±0,1) г азотно-кислой 1-водной ртути (II)»;

дополнить словами: «Раствор годен к употреблению через 2 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла».

Пункт 2.2. Наименование изложить в новой редакции: «Определение коэффициента поправки раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) $c(1/2Hg(NO_3)_2{\cdot}H_2O)=0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н.)»;

(Продолжение см. с. 23)

второй абзац. Заменить слова: «раствором азотно-кислой окисной ртути» на «раствором азотно-кислой 1-водной ртути (II)»;

третий абзац. Заменить слова: «Поправочный коэффициент (K) к титру» на «Коэффициент поправки (K)»;

экспликацию для V и 0,000585 изложить в новой редакции: «V — объем раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) $c(1/2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3, израсходованный на титрование хлористого натрия, см^3;

0,000585 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см^3 раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) концентрации точно $c(1/2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3, г»

Пункт 2.2 дополнить абзацем: «Для установления коэффициента поправки используют не менее трех навесок хлористого натрия. Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждой навеске хлористого натрия Расхождения между коэффициентами не должны превышать 0,0010».

Пункт 3.1. Заменить слова: «табл. 1» на «таблицей».

Пункт 3.2. Заменить значение: 0,005 моль/дм^3 на $c(1/2Na_2CO_3) = 0{,}01$ моль/дм^3.

Пункт 3.5. Второй абзац. Заменить слова: «раствором азотно-кислой окисной ртути» на «раствором азотно-кислой 1-водной ртути (II)».

Пункт 4.1. Экспликацию изложить в новой редакции: «V_1 — объем раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) $c(1/2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3, израсходованный на титрование испытуемого продукта, см^3;

V_2 — объем раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) $c(1/2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

K — коэффициент поправки раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) $c(1/2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3;

m_1 — масса испытуемого продукта, сожженного в бомбе, г;

0,0003546 — масса хлора, соответствующая 1 см^3 раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) концентрации точно $c(1/2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3, г».

Пункт 4.2.2. Заменить слово: «определений» на «испытаний».

(ИУС № 7 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru