

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТОПЛИВО ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕРКАПТАНОВОЙ И СЕРОВОДОРОДНОЙ СЕРЫ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

ГОСТ 17323—71

(СТ СЭВ 756—77)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.75.001.4(083.74) Группа Б19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 17323—71*

(СТ СЭВ 756—77)

ТОПЛИВО ДЛЯ ДВИГАТЕЛЕЙ

Метод определения меркаптановой и сероводородной серы потенциометрическим титрованием

Engine fuel. Method for the determination of mercaptan and hydrogen sulfide sulfur content by potentiometric titration

Взамен ГОСТ 6975—57, ГОСТ 9558—60 и ГОСТ 11064—64

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 7 декабря 1971 г. № 1992 срок введения установлен

с 01.01. 1973 г.

Проверен в 1978 г. Срок действия ограничен до 01.01. 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на дизельные, реактивные топлива и бензины и устанавливает метод определения содержания в них меркаптановой и сероводородной серы потенциометрическим титрованием азотнокислым аммиакатом серебра.

Содержание меркаптановой серы рассчитывают по объему азотнокислого аммиаката серебра, израсходованному на титрование топлива, не содержащего сероводорода.

Содержание сероводородной серы рассчитывают по разности объемов азотнокислого аммиаката серебра, израсходованных на титрование до и после удаления сероводорода из топлива.

Объем раствора азотнокислого аммиаката серебра, эквивалентной количеству активной серы, определяется при использовании сульфидсеребряного электрода по скачку потенциала, а при использовании сурьмяного электрода: при определении меркаптановой серы — по началу смещения потенциала в область более положительных значений; при совместном определении сероводородной и меркаптановой серы — по скачку потенциала.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 756—77 (справочное приложение 3).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (октябрь) с изменениями № 2, 3, утвержденными в июне 1976 г., декабре 1978 г. (ИУС 8—76, 2—79).*

© Издательство стандартов, 1980

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При определении содержания меркаптановой серы применяют:

потенциометр типа рН-121 или любой другой, имеющий входное сопротивление не менее 10^{12} Ом и цену деления шкалы не более 5 мВ;

электроды марки ЭВЛ-1М7 или хлорсеребряные: сульфидсеребряные, приготовленные по п. 2.1, или сурьмяные типа ЭСТ-1;

стенд титровальный, включающий штатив с подставкой, стакан стеклянный для титрования по ГОСТ 10394—72, типа В, вместимостью 150 мл с крышкой из органического стекла с отверстиями для электродов и бюретки;

стакан стеклянный по ГОСТ 10394—72, типа ВН, вместимостью 50 мл;

мешалку стеклянную однолопастную с электромотором на 400—1000 об/мин или мешалку магнитную типа ММ-2;

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

колбы мерные плоскодонные, с одной меткой с пришлифованной пробкой вместимостью 100, 250 и 1000 мл;

цилиндры измерительные с носиком вместимостью 25 и 50 мл;

бюретки вместимостью 1, 2, 5, 10 мл с ценой деления 0,02 мл;

пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 и 20 мл;

воронки стеклянные типа В 56—80 или В 56—140 по ГОСТ 8613—75;

воронки делительные типа ВД, вместимостью 100 и 200 мл;

стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 7148—70, типов СН2 и СН3;

палочки стеклянные;

серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а., 0,1 н раствор;

натрий уксуснокислый кристаллический по ГОСТ 199—78, ч. д. а.;

натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, ч. д. а., 3%-ный водный раствор;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а.;

спирт этиловый ректификованный (гидролизный) высшей очистки (очищенный гидроокисью натрия);

метанол-яд по ГОСТ 6995—77 (очищенный гидроокисью натрия и насыщенный перед употреблением уксуснокислым натрием).

Для очистки этилового спирта и метанола-яда к 1000 мл спирта прибавляют 5 г гидроокиси натрия и после 12—16 ч отстоя спирт декантируют и перегоняют с дефлегматором;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, 20%-ный водный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х. ч. или ч. д. а.;

бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.;

растворитель, для приготовления которого 2,7 г тригидрата уксусного натрия ($NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$) или 1,6 г безводного уксуснокислого натрия ($NaC_2H_3O_2$) в 20 мл воды, не содержащей кислорода, растворяют в 600 мл 96%-ного этилового спирта и к полученному раствору приливают 400 мл бензола;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х. ч. или ч. д. а, насыщенный раствор;

кадмий сернокислый по ГОСТ 4456—75, подкисленный водный раствор, готовят следующим образом: 150 г сернокислого кадмия растворяют в дистиллированной воде, подкисляют 10 мл раствора серной кислоты и доводят объем до 1000 мл;

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 20%-ный водный раствор;

кадмий хлористый по ГОСТ 4330—76, подкисленный водный раствор; готовят аналогично сернокислому кадмию, но подкисляют раствором соляной кислоты;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

проволока серебряная диаметром 0,5—2,0 мм марки Ср. 999,9 или Ср. 999 по ГОСТ 6836—72;

шлифовальный микропорошок зернистостью М10—14 по ГОСТ 3647—71;

шлифовальная шкурка по ГОСТ 6456—75 или по ГОСТ 5009—75;

ткань шерстяная типа «сукно» по ГОСТ 19702—74 или ГОСТ 6621—72.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление сульфидсеребряного электрода и подготовка сурьмяного электрода

Для приготовления сульфидсеребряного электрода серебряную проволоку длиной не менее 30 мм припаивают к зачищенному концу медного одножильного изолированного провода длиной около 150 мм. Соединенные проводники пропускают через стеклянную трубку диаметром 8—12 мм и длиной 120—140 мм так, чтобы серебряная проволока выступала за обрез трубки на 15—20 мм.

Медный провод соединяют с клеммой и конец трубки герметизируют менделеевской замазкой, эпоксидной смолой или клеем, основанным на поливинилбутильной или формальдегидной смоле.

Конец стеклянной трубки, где проходит серебряная проволока, запаивают или заливают тугоплавким парафином, или плотно набивают стеклянной ватой так, чтобы проволока помещалась в середине трубки.

Выступающий конец серебряной проволоки шлифуют до блеска шлифовальным микропорошком или шлифовальной шкуркой и помещают в раствор, содержащий 10 мл 3%-ного раствора сернистого натрия и 90 мл метанола-яда. К раствору приливают по каплям в течение 10—15 мин при постоянном перемешивании 10 мл раствора азотнокислого серебра. Затем электрод вынимают из раствора и слегка протирают фильтровальной бумагой до тех пор, пока на бумаге не будет оставаться следов серо-черного цвета.

Электрод хранят в стакане с дистиллированной водой, погружая его на глубину, обеспечивающую покрытие водой обработанной поверхности серебряной проволоки.

При подготовке сурьмяного электрода его поверхность зачищается шлифовальной шкуркой и полируется на сукне до блеска. После каждого определения полировка повторяется, затем металлическая поверхность протирается ваткой, смоченной в спирте. В случае потускнения поверхности электрод снова зачищают шлифовальной шкуркой и полируют на сукне.

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

2.2. Подготовка прибора

Прибор подготавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации потенциометра, применяя в качестве сравнительного электрода каломельный или хлорсеребряный, а в качестве измерительного — сульфидсеребряный или сурьмяный. Каломельный или хлорсеребряный электроды через каждые 7—10 суток заполняют свежим насыщенным раствором хлористого калия. Электроды хранят в насыщенном растворе хлористого калия. Допускается хранение электродов в дистиллированной воде. Сульфидсеребряный электрод может работать длительное время (до получения нестабильных результатов). После каждого определения электроды промывают дистиллированной водой и вытирают фильтровальной бумагой.

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

2.3. Приготовление и установка титра 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра.

2.3.1. 100 мл 0,1 н раствора азотнокислого серебра помещают в литровую мерную колбу, приливают 25 мл водного аммиака, после чего дистиллированной водой при периодическом перемешивании раствор в колбе доводят до метки.

Приготовленный 0,01 н раствор азотнокислого аммиаката серебра переливают в склянку из темного стекла или обертывают колбу черной светонепроницаемой бумагой и хранят в темном месте.

2.3.2. В стакане вместимостью 30—50 мл взвешивают 0,166 г йодистого калия с погрешностью не более 0,0002 г и осторожно переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл дистиллирован-

ной водой, после чего приливанием дистиллированной воды уровень раствора в колбе доводят до метки при 20±0,5°С.

2.3.3. Концентрацию йодистого калия в растворе (*С*) в г/мл вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{100}, \quad (1)$$

где m — масса растворенного йодистого калия, г;

100 — объем дистиллированной воды, в котором растворена масса йодистого калия, мл.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.4. В стакан для титрования пипеткой или бюреткой наливают медленно по каплям 5 мл раствора йодистого калия и 45—50 мл дистиллированной воды.

Для титрования стакан с раствором йодистого калия устанавливают на титровальном стенде и погружают в него электроды так, чтобы они были погружены в жидкость не менее чем на 10 мм и включают мешалку (мешалка должна быть заземлена), устанавливают частоту вращения от 400 до 500 об/мин так, чтобы обеспечить хорошее перемешивание раствора без разбрызгивания и образования воронок. Частота вращения мешалки во время проведения опыта должна быть постоянной. Раствор перемешивают 5 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.5. В бюретку наливают 0,01 н раствор азотнокислого аммиаката серебра, устанавливают мениск раствора на метку 0, подводят бюретку к стакану с раствором йодистого калия, записывают значение исходного потенциала сульфидсеребряного электрода и титруют, приливая по 0,2 мл раствора азотнокислого аммиаката серебра, записывая после каждой добавки новый установившийся потенциал. Когда разница в изменении потенциала от одной добавки будет превышать 5—7 мВ, начинают добавлять по 0,1 мл раствора азотнокислого аммиаката серебра и вновь титруют до тех пор, пока изменение в потенциале от новой добавки не будет превышать 5—7 мВ. Затем уменьшают порцию раствора азотнокислого аммиаката серебра до 0,02 мл и титруют до скачка потенциала. По достижении скачка потенциала добавляют еще 2—3 порции по 0,02 мл, после чего титрование ведут по 0,1 мл до тех пор, пока изменение потенциала будет относительно постоянное. Очень важно для создания одинаковых условий проведения опыта, чтобы титрование проводилось равномерно и было непродолжительным.

За конец титрования (скачок потенциала) принимают ту точку в области наиболее резкого изменения потенциала (при минимальной добавке титрованного раствора), которую находят по записи результатов потенциометрического титрования (обязательное при-

ложение 1) или по кривой титрования (обязательное приложение 2). Титрование 5 мл раствора йодистого калия повторяют 3—4 раза и для вычисления берут среднее арифметическое не менее чем трех объемов 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, пошедших на титрование и расходящихся не более чем на 0,02 мл.

При использовании сурьмяного электрода титр 0,01 н. раствора азотнокислого аммиаката серебра устанавливают следующим образом: в микробюретку наливают 0,01 н. раствор азотнокислого аммиаката серебра, устанавливают мениск раствора на метку 0, записывают значение исходного потенциала сурьмяного электрода в растворе йодистого калия и титруют, приливая раствор азотнокислого аммиаката серебра по каплям. За конец титрования принимают точку, от которой при прибавлении 0,02 мл 0,01 н. раствора азотнокислого аммиаката серебра начинается смещение потенциала сурьмяного электрода в область более положительных значений потенциала (абсолютное значение потенциала уменьшается, см. приложение).

Титрование 5 мл раствора йодистого калия повторяют 3—4 раза и для вычисления берут среднее арифметическое не менее чем трех объемов 0,01 н. раствора азотнокислого аммиаката серебра, пошедших на титрование и расходящихся не более чем на 0,02 мл.

Примечание Если при титровании наблюдаются неустойчивые показания потенциала, то стакан помещают в цилиндр из медной сетки, который заземляют.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3.6. Титр 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, выраженный в граммах меркаптановой серы на 1 мл (T_1), вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{5 \cdot C \cdot 0{,}1931}{V}, \qquad (2)$$

где 5 — объем раствора йодистого калия, взятый для титрования, мл;

C — концентрация йодистого калия в растворе, г/мл;

0,1931 — коэффициент пересчета йодистого калия на меркаптановую серу;

V — объем 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование, мл.

Титр 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра вычисляют с погрешностью не более шестого знака.

2.3.7. Титр 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, выраженный в граммах сероводородной серы на 1 мл (T_2), вычисляют по формуле

$$T_2 = \frac{5 \ C \ 0{,}0965}{V}, \qquad (3)$$

где 5 — объем раствора йодистого калия, взятый для титрования, мл;

C — концентрация йодистого калия в растворе, г/мл;

0,0965 — коэффициент пересчета йодистого калия на сероводородную серу;

V — объем 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование, мл.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В стакан для титрования берут навеску испытуемого топлива по объему или по массе с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г. Величина навески зависит от предполагаемой массовой доли меркаптановой серы в топливе, определяемой табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меркаптановой серы в образце, %	Количество топлива	
	мл	г
Св. 0,05	1,0	От 0,7 до 0,9
» 0,01 до 0,05	2,0	» 1,4 » 1,7
» 0,005 » 0,01	5,0	» 3,5 » 4,5
» 0,003 » 0,005	10,0	» 7 » 9
До 0,003	20,0	» 14 » 17

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. В стакан с навеской топлива добавляют 35—75 мл растворителя до полного растворения топлива. Затем стакан устанавливают на титровальный стенд, опускают в раствор электроды и мешалку, перемешивают 5 мин и измеряют начальное значение потенциала.

3.3. В бюретку наливают 0,01 н раствор азотнокислого аммиаката серебра, устанавливают мениск раствора на метку 0, подводят бюретку к стакану для титрования и добавляют в него 0,02 мл раствора азотнокислого аммиаката серебра. Если при добавлении 0,02 мл раствора не наблюдается изменение потенциала или потенциал изменяется незначительно (до 5 мВ), то титрование проводят как указано в п. 2.3.5. При изменении потенциала более чем на 5—7 мВ титрование проводят каждый раз, приливая по 0,02 мл титрованного раствора, до скачка потенциала. В области скачка потенциала добавляют еще 2—3 порции по 0,02 мл, затем титрование ведут, добавляя по 0,1 мл раствора азотнокислого аммиаката серебра до тех пор, пока изменение потенциала от одинаковых добавок будет относительно постоянное.

При использовании сурьмяного электрода титрование проводят по каплям до первого смещения потенциала в область более поло-

жительных значений. Изменение потенциала в отрицательную область во внимание не принимают

(Измененная редакция, Изм № 2)

3 4 Начальное значение потенциала сульфидсеребряного электрода минус 400 мВ и выше (в сторону уменьшения абсолютного значения потенциала), а сурьмяного минус 500 мВ и выше указывает на отсутствие сероводорода В этом случае проводят титрование, добавляя в один прием по 0,02 мл 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра Если при добавлении 0,02 мл раствора азотнокислого аммиаката серебра не наблюдается изменение потенциала или потенциал изменяется незначительно (до 5 мВ), то титрование проводят, как указано в п. 4 3 5 Если потенциал изменился более чем на 5—7 мВ, титрование проводят, приливая каждый раз по 0,02 мл титрованного раствора до скачка потенциала После достижения скачка потенциала добавляют еще 2—3 порции титрованного раствора по 0,02 мл, после чего титрование ведут по 0,1 мл до тех пор, пока изменение потенциала будет относительно постоянным. Конец титрования определяют по записи или по кривой титрования Продолжительность титрования должна быть минимальной во избежание окисления серы с атмосферным кислородом Начальное значение потенциала сульфидсеребряного электрода минус 400 мВ и ниже (в сторону увеличения абсолютного значения потенциала), а сурьмяного минус 500 мВ и ниже указывает на наличие в топливе элементарной или сероводородной серы

Примечание При определении меркаптановой и сероводородной серы в топливах, предназначенных для экспорта в страны—члены СЭВ, применять сульфидсеребряный электрод

Для очистки от сероводорода равные объемы топлива и подкисленного раствора сернокислого или хлористого кадмия встряхивают в делительной воронке в течение 2—3 мин Если после встряхивания появится осадок желтого цвета, свидетельствующий о присутствии сероводорода в нем, то после разделения слоев нижний водный слой вливают и к топливу добавляют новую порцию раствора сернокислого или хлористого кадмия Экстракцию повторяют несколько раз до полного удаления сероводорода (прекращение выпадения осадка), после чего топливо фильтруют через бумажный фильтр

(Измененная редакция, Изм № 3).

3 5. В стакан для титрования берут навеску (в таком же количестве, как и до обработки) обработанного по п 3 4 топлива и 35—75 мл растворителя до полного растворения топлива и замеряют потенциал сульфидсеребряного или сурьмяного электрода

Если потенциал сульфидсеребряного или сурьмяного электрода не изменил своего значения или изменил его менее чем на 100 мВ, это указывает на отсутствие сероводорода

Если потенциал сульфидсеребряного или сурьмяного электрода изменил свое значение более чем на 100 мВ, это указывает на присутствие сероводорода. При качественном определении сероводорода испытание на этом заканчивают

Титрование очищенного от сероводорода топлива производят по п. 3.4.

При количественном определении содержания сероводорода производят титрование исходного образца топлива в соответствии с п. 3.4 до его очистки от сероводорода.

Если после очистки топлива от сероводорода по п. 3.4 потенциал сульфидсеребряного или сурьмяного электрода не изменил своего значения или изменил менее чем на 100 мВ, это указывает на отсутствие сероводорода и присутствие элементарной серы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.6. При наличии элементарной серы в топливе в некоторых случаях при использовании сульфидсеребряного электрода наблюдают два скачка потенциалов: в области минус 500 мВ в эквивалентной точке титрования элементарной серы и в области от минус 350 до плюс 100 мВ в эквивалентной точке титрования меркаптановой серы и два смещения потенциала в положительную сторону с сурьмяным электродом: в области минус 500 мВ в эквивалентной точке титрования элементарной серы и в области от минус 480 до минус 440 мВ в эквивалентной точке титрования меркаптановой серы. В этом случае количество азотнокислого аммиаката серебра, израсходованное на титрование меркаптановой серы, рассчитывают от нулевого объема и первый скачок (смещение) во внимание не принимают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$S = \frac{V_1 \ T_1 \ 100}{m},$$

где V_1 — объем 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование меркаптановой серы в топливе, не содержащем сероводорода, мл;

T_1 — титр 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, выраженный в граммах меркаптановой серы на 1 мл;

m — масса топлива, не содержащего сероводорода, г.

4.2. При наличии сероводорода в топливе массовую долю сероводородной серы (S_1) в процентах вычисляют по формуле

$$S_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T_2 \cdot 100}{m_1},$$

где V_1 — объем азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование исходного топлива (до обработки топлива раствором сернокислого или хлористого кад-

мия) от нулевого объема до второго скачка потенциала, мл;

V_2 — объем азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование образца до скачка потенциала с сульфидсеребряным электродом (до начала смещения потенциала в положительную сторону с сурьмяным электродом) после обработки его раствором сернокислого или хлористого кадмия, мл.

T_2 — титр 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, выраженный в г сероводородной серы на 1 мл;

m_1 — масса топлива, г, $(m_1 = m)$.

(Исключен, Изм. № 2).

4.3. Допускаемые расхождения, результатов двух параллельных определений массовой доли меркаптановой серы не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля меркаптановой серы в топливе, %	Допускаемые расхождения, %
Св. 0,01	0,0010
От 0,01 до 0,005	0,0004
Меньше 0,005	0,0002

4.4. Массовая доля меркаптановой серы до 0,0002% включительно оценивается как отсутствие.

4.5. При разногласиях, возникающих в оценке качества продукции, установку титра азотнокислого аммиаката серебра и определение меркаптановой и сероводородной серы производят с использованием сульфидсеребряного электрода.

Пп. 4.4, 4.5. **(Введены дополнительно,** Изм. № 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

Примерная запись потенциометрического титрования при установке титра 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра с сульфидсеребряным электродом

Объем 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование, мл	Потенциал, мВ	Разница в изменении потенциала мВ	Объем 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование, мл	Потенциал, мВ	Разница в изменении потенциала, мВ
0	—190	—	4,80	—110	5
0,50	—187	3	4,85	—105	5
1,00	—185	2	4,90	— 95	10
1,50	—182	3	4,94	— 93	2
2,00	—177	5	4,98	— 83	10
2,50	—172	5	5,00	— 77	6
3,00	—165	7	5,04	— 56	11
3,50	—157	8	5,06	— 36	20
3,70	—155	2	5,08	+ 15	51
3,90	—150	5	5,10	+115	100*
4,10	—145	5	5,12	+168	53
4,30	—138	7	5,14	+185	17
4,40	—135	3	5,16	+205	20
4,50	—130	5	5,18	+220	15
4,60	—125	5	5,30	+240	20
4,70	—117	8	5,40	+255	15
4,75	—115	8	5,50	+275	20

* Разность потенциалов в точке эквивалентности может иметь и меньшее значение.

5,10 мл 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра эквивалентно 5 мл 0,01 н раствора йодистого калия.

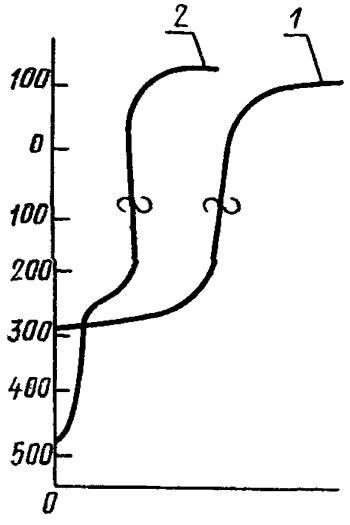
Примерная запись потенциометрического титрования при установке титра 0,01 н. раствора азотнокислого аммиаката серебра с сурьмяным электродом

Объем 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование, мл	Потенциал, мВ	Объем 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование, мл	Потенциал, мВ	Объем 0,01 н. раствора азотнокислого аммиаката серебра, израсходованный на титрование, мл	Потенциал, мВ
0	—430	4,60	—545	4,90	—545
1,00	—545	4,80	—545	4,92	—545
2,00	—545	4,82	—545	4,94	—545
3,00	—545	4,84	—545	4,96	—540*
4,00	—545	4,86	—545	4,98	—535
4,20	—545	4,88	—545	5,00	—530
4,40	—545				

* 4,96 мл 0,01 н раствора азотнокислого аммиаката серебра эквивалентно 5 мл 0,01 н раствора йодистого калия

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

Кривые титрования топлива



1—кривая титрования топлива, содержащего меркаптановую серу, *2*—кривая титрования топлива, содержащего меркаптановую и элементарную серу

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

Информационные данные о соответствии ГОСТ 17323—71 и СТ СЭВ 756—77

Вводная часть ГОСТ 17323—71 соответствует вводной части и разд 1 СТ СЭВ 756—77;

разд. 1 соответствует разд. 2 и 3;
разд. 2 соответствует разд. 4;
разд. 3 соответствует разд. 5,
разд 4 соответствует разд. 6.

Изменение № 4 ГОСТ 17323—71 Топливо для двигателей. Метод определения меркаптановой и сероводородной серы потенциометрическим титрованием

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.09.84 № 3449 срок введения установлен

с 01.03.85

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения и слова: мл на $см^3$, «0,1 н. раствор» на «концентрацию 0,1 моль/$дм^3$»; 0,01 н. на 0,01 моль/$дм^3$.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Потенциометр типа рН-121 или любой другой, имеющий входное сопротивление не менее 10^{12} Ом и цену деления шкалы не более 5 мВ.

Электроды хлорсеребряные марок ЭВЛ-1М1, ЭВЛ-1М3 сульфидсеребряные, приготовленные по п. 2.1, или сурьмяные типа ЭСТ-1.

Стенд титровальный, включающий штатив с подставкой, стакан стеклянный для титрования по ГОСТ 25336—82 В-1—150 или В-2—150 ТС с крышкой из органического стекла с отверстиями для электродов и бюретки.

Стакан стеклянный В-1—50 ТХС или В-1—50 ТС по ГОСТ 25336—82.

Мешалка стеклянная однолопастная с электромотором на 400—1000 $мин^{-1}$ или мешалка магнитная типа ММ-2 или ММ3м.

Колбы 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Цилиндры 1—25 или 3—25 и 1—50 или 3—50 по ГОСТ 1770—74.

Бюретки 6—2—1, 6—2—2, 6—2—5, 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пипетки 1—1—1, 1—1—2 или 2—1—2, 2—1—5, 2—1—10 и 2—1—20 по ГОСТ 20292—74.

Воронки стеклянные типа В любого диаметра, высотой 80—140 мм по ГОСТ 25336—82.

Воронки Вд-1—100 ХС и ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336—82.

Стаканчик для взвешивания типа СН по ГОСТ 25336—82.

Палочки стеклянные.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч.д.а., 0,1 моль/$дм^3$.

Натрий уксуснокислый 3-водный, ч.д.а. по ГОСТ 199—78.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, ч.д.а., 3 %-ный водный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч. или ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72 (очищенный гидроокисью натрия).

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77 или метанол-яд технический по ГОСТ 2222—78 (очищенные гидроокисью натрия и насыщенный перед употреблением уксуснокислым натрием).

(Продолжение см. стр. 44)

Для очистки этилового спирта и метанола-яда к 1000 см³ спирта прибавляют 5 г гидроокиси натрия и после 12—16 ч отстоя спирт декантируют и перегоняют с дефлегматором.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 20 %-ный водный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х ч или ч д а.

Толуол по ГОСТ 5789—78

Растворитель для приготовления которого 2,7 г тригидрата уксуснокислого натрия ($NaC_2H_3O_2 3H_2O$) или 1,6 г безводного уксуснокислого натрия ($NaC_2H_3O_2$) в 20 см³ воды, не содержащей кислорода, растворяют в 600 см³ 96 %-ного этилового спирта и к полученному раствору приливают 400 см³ толуола

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х ч или ч д а, насыщенный раствор.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456—75, подкисленный водный раствор, готовят следующим образом 150 г сернокислого кадмия растворяют в дистиллированной воде, подкисляют 10 см³ раствора серной кислоты и доводят объем до 1000 см³

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 20 %-ный водный раствор

Кадмий хлористый по ГОСТ 4330—76, подкисленный водный раствор; готовят аналогично сернокислому кадмию, но подкисляют раствором соляной кислоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Проволока серебряная диаметром 0,5—2,0 мм марки Ср 999,9 или Ср 999 по ГОСТ 7222—75

Шлифовальный микропорошок зернистостью М10—14 по ГОСТ 3647—80.

Шлифовальная шкурка зернистостью 16—10 по ГОСТ 6456—82 или по ГОСТ 5009—82

Ткань шерстяная типа «сукно»

Пункт 4.3 дополнить словами «За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений»

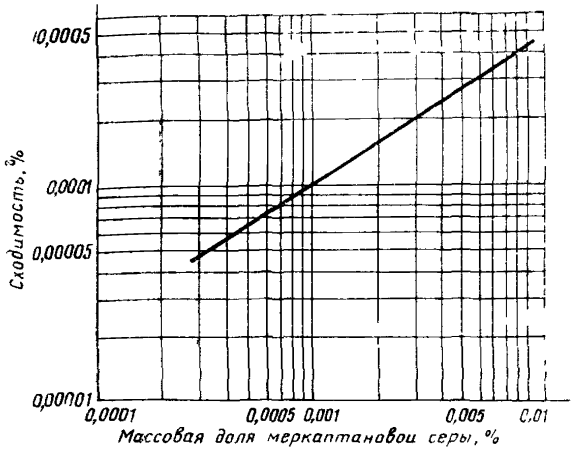
Стандарт дополнить разделом — 5

«5 Точность метода

5.1 Сходимость

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

(Продолжение см втр 45)



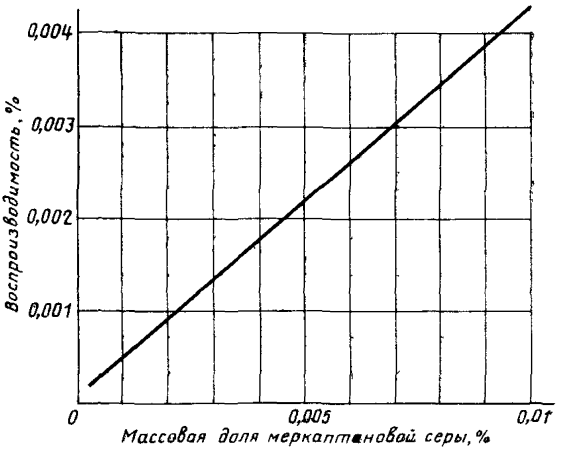
Черт. 1

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если рас-

(Продолжение см. стр 46)

хождение между ними не превышает значения, приведенного на графике (черт. 2) для большего результата».



Черт. 2

(ИУС № 1 1985 г.)

Группа Б19

Изменение № 5 ГОСТ 17323—71 Топливо для двигателей. Метод определения меркаптановой и сероводородной серы потенциометрическим титрованием

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 06.03.90 № 372

Дата введения 01.01.91

Под наименованием стандарта проставить код ОКСТУ 0209

Вводную часть изложить в новой редакции «Настоящий стандарт устанавливает два метода (А и Б) определения массовой доли меркаптановой серы в топливе для двигателей»

Раздел 1 Наименование изложить в новой редакции, дополнить абзацем:

«1. Метод А

Настоящий метод предназначен для определения массовой доли меркаптановой и сероводородной серы потенциометрическим титрованием азотнокислым аммиакатом серебра в топливах для реактивных двигателей, дизельных и бензинах»

Пункт 1 1 изложить в новой редакции

«1 1 Аппаратура, реактивы и материалы

Универсальный иономер типа ЭВ-74, или pH-милливольтметр, или вольтметр, имеющий входное сопротивление не менее 10^{12} Ом и цену деления не более 5 мВ с диапазоном измерения не менее 600 мВ.

Электроды хлорсеребряные марок ЭВЛ-1М1, ЭВЛ 1М3, сульфидсеребряные, приготовленные по п 2 1, или промышленные ЭСС-01, сурьмяные типа ЭСТ-1.

Стенд титровальный, включающий штатив с подставкой, стакан стеклянный для титрования по ГОСТ 25336—82 В-1—150 или В-2—150 ТС с крышкой из органического стекла с отверстиями для электродов и бюретки

Стакан стеклянный В-1—50 ТХС или В-1—50 ТС по ГОСТ 25336—82

Мешалка стеклянная однолопастная с электромотором на 400—1000 $мин^{-1}$ или мешалка магнитная типа ММ-2 или ММ3м

Колбы 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74

Цилиндры 1—25 или 3—25 и 1—50 или 3—50 по ГОСТ 1770—74

Бюретки 6—2—1, 6—2—2, 6—2—5, 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пипетки 1 или 2-го исполнения, 1 или 2 го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10, 20 $см^3$ по ГОСТ 20292—74

Воронки стеклянные типа В любого диаметра, высотой 80—140 мм по ГОСТ 25336—82.

Воронки Вд 1—100 ХС и ВД—1—250 ХС по ГОСТ 25336—82

Стаканчик для взвешивания типа СН по ГОСТ 25336—82

Палочки стеклянные

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч д а, 0,1 моль/$дм^3$

Натрий уксуснокислый 3-водный, ч д а по ГОСТ 199—78

Натрия сернистый 9 водный по ГОСТ 2053—77, ч д а, 3% ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х ч или ч д а

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 (очищенный гидроокисью натрия)

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77 или метанол-яд технический по ГОСТ 2222—78 (очищенный гидроокисью натрия и насыщенный перед употреблением уксуснокислым натрием)

Для очистки этилового спирта и метанола-яда к 1000 $см^3$ спирта прибавляют 5 г гидроокиси натрия и после 12—16 ч отстоя спирт декантируют и перегоняют с дефлегматором

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 20% ный водный раствор,

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х ч или ч д а

(Продолжение см. с. 48)

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Растворитель, для приготовления которого 2,7 г тригидрата уксуснокислого натрия ($NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$) или 1,6 г безводного уксуснокислого натрия ($NaC_2H_3O_2$) в 20 см³ воды, не содержащей кислорода, растворяют в 600 см³ 96%-ного этилового спирта и к полученному раствору приливают 400 см³ толуола.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х. ч. или ч. д. а, насыщенный раствор.

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456—75, подкисленный водный раствор, готовят следующим образом: 150 г сернокислого кадмия растворяют в дистиллированной воде, подкисляют 10 см³ раствора серной кислоты и доводят объем до 1000 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 20%-ный водный раствор.

Кадмий хлористый по ГОСТ 4330—76, подкисленный водный раствор; готовят аналогично сернокислому кадмию, но подкисляют раствором соляной кислоты.

Вода дистиллированная pH=5,4—6,6.

Проволока серебряная диаметром 0,5—2,0 мм марки Ср. 999,9 или Ср. 999 по ГОСТ 7222—75.

Микропорошок шлифовальный зернистостью М10—14 по ГОСТ 3647—80.

Шкурка шлифовальная зернистостью 16—10 по ГОСТ 6456—82 или по ГОСТ 5009—82.

Ткань шерстяная типа «сукно».

Весы лабораторные общего назначения с пределами взвешивания 200 г, 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88.

Допускается применять импортную посуду, аппаратуру и реактивы по классу точности и квалификации не ниже предусмотренных стандартом».

Пункт 2.1. Четвертый абзац после слова «метанола-яда» дополнить словами: «или этилового спирта»;

пятый абзац дополнить словами: «Сульфидсеребряный электрод ЭСС-01 подготовляют и хранят в соответствии с паспортом».

Пункт 2.2. Исключить слово: «потенциометра».

Пункт 2.3.6. Второй абзац изложить в новой редакции: «Титр 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислого аммиаката серебра проверяют один раз в месяц и записывают с точностью до шестого десятичного знака».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции «3.1. В стакан для титрования отбирают в соответствии с табл. 1 испытуемое топливо с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г. Объем пересчитывают на массу, определив плотность топлива по ГОСТ 3900—85».

Пункт 3.4. Заменить слова: «Начальное значение потенциала сульфидсеребряного электрода минус 400 мВ и выше (в сторону уменьшения абсолютного значения потенциала), а сурьмяного минус 500 мВ и выше указывает на отсутствие сероводорода» на «Начальное значение потенциала выше минус 400 мВ при применении сульфидсеребряного электрода и выше минус 500 мВ при применении сурьмяного электрода указывает на наличие меркаптановой серы и отсутствие сероводородной серы»; «Начальное значение потенциала сульфидсеребряного электрода минус 400 мВ и ниже (в сторону увеличения абсолютного значения потенциала), а сурьмяного минус 500 мВ и ниже указывает на наличие в топливе элементарной или сероводородной серы» на «Начальное значение потенциала ниже минус 400 мВ при применении сульфидсеребряного электрода и ниже минус 500 мВ — сурьмяного электрода указывает на наличие в топливе элементарной или сероводородной серы»;

примечание. Второй абзац. Заменить слово: «вливают» на «сливают».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.7: «3.7. Объем раствора азотнокислого аммиаката серебра, эквивалентный количеству активной серы, определяют по скачку потенциала при использовании сульфидсеребряного электрода, а при использовании сурьмяного электрода при определении меркаптановой серы — по началу смещения потенциала в область положительных значений, при совмест-

(Продолжение см. с. 49)

ном определении сероводородной и меркаптановой серы — по скачку потенциала».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.1*а*:

«5.1а. При массовой доле меркаптановой серы 0,01 % и более допускаемое расхождение должно составлять 0,0010 % (по массе)».

Стандарт дополнить методом — Б:

«6. Метод Б

Настоящий метод предназначен для определения массовой доли меркаптановой серы в пределах 0,0003—0,01 % потенциометрическим титрованием азотнокислым серебром в топливе для реактивных двигателей.

На определение не оказывают влияние такие органические соединения, как сульфиды, дисульфиды и тиофен, а также элементарная сера в количестве менее 0,0005 % (по массе).

Метод Б применяется при наличии разногласий в оценке массовой доли меркаптановой серы топлива для реактивных двигателей.

6.1 Аппаратура, реактивы и материалы

Прибор измерительный (п. 1.1).

Электроды: стеклянный лабораторный типа ЭСЛ-43—07 или ЭСЛ-63—07 и сульфидсеребряный, приготовленный по п. 6.2.1.

Стакан для титрования вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770—74.

Пипетки вместимостью 50 см³ по ГОСТ 20292—74.

Натрий сернистый 9-водный по ГОСТ 2053—77, раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по п. 6.2.6.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40—1,42 кг/см³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, ч. д. а., 0,1 моль/дм³ спиртовый раствор (6.2.4) и 0,01 моль/дм³ спиртовый раствор (п. 6.2.5).

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805—84, пропущенный через колонку с активированной окисью алюминия с целью удаления перекисей, наличие неудаленных перекисей приводит к заниженным результатам.

Натрий уксуснокислый 3-водный (п. 1.1).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Калий йодистый 0,1 моль/дм³ раствор (п. 6.2.3).

Кадмий сернокислый (п. 1.1).

Растворитель для титрования, приготовленный по п. 6.2.7.

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1. *Приготовление сульфидсеребряного электрода*

Электрод должен быть изготовлен из серебряной проволоки диаметром 2 мм и более и смонтированы в изолированном поддерживающем устройстве.

Каждый день перед использованием готовят свежее покрытие на электроде из сульфида серебра: электрод полируют наждачной тканью или бумагой со средней зернистостью 18 мкм до появления чистой серебряной поверхности. Электрод ставят в рабочее положение и погружают в 100 см³ растворителя для титрования, содержащего 8 см³ раствора сернистого натрия с массовой долей 1 %. Из бюретки при перемешивании медленно добавляют 10 см³ раствора азотнокислого серебра в течение 10—15 мин. Вынимают электрод из раствора, промывают водой и протирают мягкой чистой тряпочкой. В промежутках между титрованиями электроды опускают не менее чем на 5 мин в 100 см³ растворителя для титрования, содержащего 0,5 см³ раствора азотнокислого серебра.

6.2.2 Стеклянный электрод хранят погруженным в воду. Перед эксплуатацией индикаторный шарик электрода вымачивают в 0,1 моль/дм³ растворе соляной кислоты в течение 24 ч.

6.2.3 *Приготовление 0,1 моль/дм³ раствора йодистого калия*

Растворяют в воде (17,0±0,01) г йодистого калия и доводят водой в мерной колбе на 1 дм³ до метки. Вычисляют концентрацию

(Продолжение см. с. 50)

6.2.4. *Приготовление и проверка концентрации 0,1 моль/дм³ спиртового раствора азотнокислого серебра*

Растворяют (17,0±0,01) г азотнокислого серебра в 100 см³ дистиллированной воды и разбавляют в мерной колбе на 1 дм³ до метки изопропиловым спиртом, предварительно очищенным. Раствор хранят в темной бутыли и каждую неделю проверяют концентрацию.

Для проверки концентрации в стакан вместимостью 250 см³ наливают 100 см³ дистиллированной воды, добавляют 6 капель концентрированной азотной кислоты и кипятят в течение 5 мин для удаления окислов азота. Охлаждают, добавляют пипеткой 5 см³ раствора йодистого калия и титруют раствором азотнокислого серебра, выбирая конечную точку на изгибе по кривой титрования.

6.2.5. *Приготовление 0,01 моль/дм³ спиртового раствора азотнокислого серебра*

Раствор готовят ежедневно, разбавляя в мерной колбе 100 см³ спиртового раствора азотнокислого серебра (п. 6.2.4) до 1 дм³ изопропиловым спиртом (очищенным). Вычисляют концентрацию.

6.2.6. *Приготовление раствора сернистого натрия с массовой долей 1 %*

10 г (в пересчете на безводный реактив) сернистого натрия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 1 дм³ и доводят водой до метки.

6.2.7. *Приготовление растворителя для титрования*

Растворяют 2,7 г тригидрата уксуснокислого натрия ($NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$) или 1,6 г безводного уксуснокислого натрия ($NaC_2H_3O_2$) в 20 см³ воды, не содержащей кислорода, добавляют 975 см³ изопропилового спирта (99 %) и 4,6 см³ ледяной уксусной кислоты.

Ежедневно через раствор быстро пропускают азот в течение 10—15 мин перед применением для удаления растворенного кислорода. Раствор хранят в условиях, защищенных от атмосферного влияния.

6.3. Проведение испытания

6.3.1. При отсутствии сероводорода в топливе проводят испытание в соответствии с пп. 6.3.2—6.3.5. Испытуемое топливо проверяют на присутствие сероводорода. Для этого топливо в количестве 5 см³ встряхивают с 5 см³ подкисленного раствора сернокислого кадмия в делительной воронке. При отсутствии осадка проводят анализ топлива в соответствии с пп. 6.3.2—6.3.5. Появление желтого осадка свидетельствует о присутствии сероводорода, при этом топливо очищают. Для очистки 100 см³ исходного топлива помещают в делительную воронку, добавляют 50 см³ подкисленного раствора сернокислого кадмия, встряхивают и сливают водный слой с осадком. Повторяют экстрагирование другой порцией раствора сернокислого кадмия, снова сливают водную фазу и промывают испытуемое топливо тремя порциями дистиллированной воды по 25—30 см, выливая воду после каждого промывания, топливо фильтруют через бумажный фильтр. Проверяют топливо на присутствие сероводорода. При отсутствии осадка проводят испытание по пп. 6.3.2—6.3.5, при наличии его повторяют экстрагирование до полного удаления сероводорода.

6.3.2. Отбирают пипеткой или цилиндром 20—50 см³ испытуемого образца в стакан для титрования, содержащей 100 см³ растворителя. Стакан помещают на титровальный стенд так, чтобы электроды были наполовину погруженными. Бюретку наполняют спиртовым раствором азотнокислого серебра (см. п. 6.2.5) и помещают так, чтобы носик оказался приблизительно на 25 мм ниже поверхности жидкости в стакане. Регулируют скорость мешалки для энергичного перемешивания без разбрызгивания.

6.3.3. Отмечают исходный объем раствора в бюретке и потенциал электродов. Добавляют небольшими порциями раствор азотнокислого серебра после установления постоянного потенциала, отмечают объем в бюретке и значение потенциала электродов. Потенциал считают постоянным, если он будет изменяться менее, чем на 6 мВ в минуту.

Если на каждую порцию раствора азотнокислого серебра изменение потенциала незначительно, добавляют объемы более 0,5 см³. Если изменение потен-

(Продолжение см. с. 51)

циала более 6 мВ на 0,1 см³, используют порции раствора азотнокисого серебра объемом 0,05 см³. При приближении конечной точки титрования перед получением постоянного потенциала может пройти 5—10 мин. При испытании должны быть равновесные условия и возможно короткая продолжительность титрования, чтобы избежать окисления соединений серы атмосферным кислородом. Начатое титрование нельзя прерывать.

Примечание. Если значение потенциала свежеприготовленных электродов неустойчиво, возможно, что электроды соответствующим образом не обработаны; обычно эта трудность исчезает при последующих титрованиях.

6.3.4. Титрование продолжают до тех пор, пока показание измерительного прибора не достигнет 350 мВ (см. примечание) и изменение потенциала на 0,1 см³ раствора азотнокислого серебра не станет относительно постоянным. Титрованный раствор удаляют, хорошо промывают электроды сначала спиртом, затем водой и вытирают сухой тряпочкой.

Между титрованиями в течение одного и того же дня электроды погружают в 100 см³ растворителя для титрования, содержащего приблизительно 0,5 см³ раствора азотнокислого серебра (п. 6.2.4).

Примечание. В зависимости от прибора алгебраический знак потенциала может меняться.

6.3.5. Строят кривую потенциометрического титрования, нанося значения общего объема раствора азотнокислого серебра относительно соответствующих значений измеренных потенциалов. Конечную точку титрования выбирают при наиболее положительном значении самого отвесного участка — «скачка» на кривой титрования, как показано на чертеже (приложение 4).

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю меркаптановой серы (S) в процентах вычисляют по формуле

$$S=3{,}206\cdot\frac{V_3\cdot C_1}{m},$$

где V_3 — объем 0,01 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

C_1 — концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм³;

m — масса топлива, г. Объем при необходимости пересчитывают на массу, определяя плотность по ГОСТ 3900—85.

3,206 — коэффициент пересчета на меркаптановую серу.

6.5. Точность метода

6.5.1. *Сходимость*

Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, приведенного в табл. 3.

6.5.2. *Воспроизводимость*

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, приведенного в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля меркаптановой серы, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
От 0,0003 до 0,001	0,0001	0,0004
Св. 0,001 » 0,005	0,0002	0,0006
» 0,005 » 0,010	0,0005	0,0009

Стандарт дополнить приложением — 4:

(Продолжение см. с. 52)

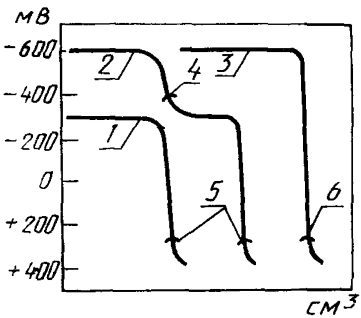
(Продолжение изменения к ГОСТ 17323—71)

«ПРИЛОЖЕНИЕ 4

Справочное

Кривые титрования по методу Б

1. Если в образце присутствуют одни меркаптаны, кривая титрования *1* (чертеж) имеет плато в интервале минус 300 — минус 350 мВ и конечную точку около плюс 300 мВ, характеризующую меркаптид серебра.



1 — меркаптаны; *2* — элементарная сера и избыток меркаптанов; *3* — меркаптаны и избыток элементарной серы; *4, 6* — сульфид серебра; *5* — меркаптид серебра

2. Если в образце присутствуют меркаптаны и элементарная сера, то имеет место химическое взаимодействие, при титровании в испытуемом растворителе происходит осаждение сульфида серебра и меркаптида серебра или сульфида серебра.

3. Если топливо содержит меркаптановую и элементарную серу при избытке меркаптанов, первый «скачок» потенциала происходит при минус 500—350 мВ — осаждение сульфида серебра, второй «скачок» потенциала происходит до конечной точки плюс 300 мВ — осаждение меркаптида серебра *(кривая 2)*.

4. Если топливо содержит меркаптановую и элементарную серу при избытке элементарной серы на кривой титрования *3* наблюдается один «скачок» до значения плюс 300 мВ — конец осаждения сульфида серебра.

Во всех случаях массовую долю меркаптановой серы рассчитывают по конечной точке титрования (плюс 300 мВ)».

(ИУС № 6 1990 г.)

Редактор *И В Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В А Ряукайте*

Сдано в наб 19 10 79 Подп в печ 07 01 80 1 0 п л 0,94 уч -изд л Тир 8000 Цена 5 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер , д 3
Вильнюсская типография Издательства стандартов ул Миндауго, 12/14 Зак 5025

gost.e-ecolog.ru