Издание официальное

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 9494—60*
	Нефтепродукты светлые МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЭЛЕМЕНТАРНОЙ СЕРЫ Light petroleum products. Method for the determination of elemental sulphur content	Группа Б09

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания элементарной серы в топливе для реактивных двигателей, приборном лигроине и других легких нефтепродуктах.

Метод заключается в растворении испытуемого нефтепродукта в водно-ацетоновом растворе и титровании полученного раствора едким натром в присутствии индикатора бромкрезолового пурпурового.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на светлые нефтепродукты.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При определении содержания элементарной серы применяют:

а) Посуду и аппаратуру стеклянную лабораторную термостойкую: колбы конические типа КнНШ по ГОСТ 10394 — 63 номинальной вместимостью 250 *мл*; холодильники с впаянной трубкой на шлифах по ГОСТ 9499 — 60 с номинальной длиной кожуха 300 *мм*; стаканы типа ВН по ГОСТ 10394 — 63 номинальной вместимостью 150 — 300 *мл*.

(**Измененная редакция** — «Информ. указатель стандантов» № 9 1964 г.).

б) Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 7148—54 тип СВП5.

в) Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64:

колбы мерные круглые плоскодонные с одной меткой с пришлифованной пробкой номинальной вместимостью 500 и 1000 *мл*,

цилиндры измерительные с носиком номинальной вместимостью 100 *мл*,

бюретку номинальной вместимостью 25 *мл*,

микробюретки номинальной вместимостью 2—5 *мл*, воронки микробюреток должны закрываться пробками — стеклянными пришлифованными или корковыми,

пипетки с подразделениями номинальной вместимостью 10 *мл*.

Внесен Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти и газа и получению искусственного жидкого топлива	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 1/VIII 1960 г.	Срок введения 1/I 1961 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

г) Капельницу номинальной вместимостью 30—40 *мл*; капельницу подбирают так, чтобы две капли раствора индикатора составляли по весу 0,045—0,050 *г*.

д) Воронки стеклянные по ГОСТ 8613—64:
простые конусообразные № 2 или № 3,
делительные номинальной вместимостью 250 *мл*.

е) Эксикатор по ГОСТ 6371—64.

ж) Электроплитку с закрытой спиралью.

з) Термостат или сушильный шкаф с температурой нагрева до 60° С.

и) Серу элементарную черенковую.

к) Изооктан эталонный по ГОСТ 4374—48.

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

м) Спирт изопропиловый очищенный; для очистки спирт обрабатывают небольшим количеством едкого натра, оставляют стоять в течение 30—60 *мин*, а затем отделяют от щелочи декантацией и перегоняют с дефлегматором.

н) Ацетон по ГОСТ 2603—63, очищенный перегонкой с дефлегматором.

о) Водно-ацетоновый раствор, для приготовления которого приливают 80—85 *мл* дистиллированной воды к 1 *л* очищенного ацетона и хорошо перемешивают; водно-ацетоновый раствор также хорошо перемешивают каждый раз перед взятием его для анализа.

п) Бромкрезоловый пурпуровый (индикатор), 0,5%-ный спиртоводный раствор, для приготовления которого 0,5 *г* индикатора растворяют в 100 *мл* 20%-ного раствора этилового спирта в воде; полученный раствор фильтруют и хранят в затемненном месте.

р) Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67, очищенный перегонкой с дефлегматором.

с) Медь хлорную по ГОСТ 4167—61, «ч. д. а.», 20%-ный раствор, для приготовления которого навеску хлорной меди растворяют в дистиллированной воде и полученный раствор фильтруют через двойной бумажный фильтр.

т) Кислоту соляную по ГОСТ 3118—46, «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,1 н раствор.

у) Воду дистиллированную по ГОСТ 6709—53.

ф) Бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—66.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Приготовление чистого препарата серы

Для приготовления чистого препарата 1,0—1,2 *г* измельченной черенковой серы помещают в коническую колбу, наливают в колбу 120—150 *мл* эталонного изооктана, соединяют колбу с холодильником с впаянной трубкой и нагревают содержимое колбы на электроплитке до кипения. Нагревание колбы продолжают в течение 15—20 *мин* до полного или почти полного растворения серы.

Затем раствору дают остыть до 75—80° С, после чего его быстро фильтруют через бумажный фильтр в стакан.

Стакан с фильтратом охлаждают до температуры окружающей среды, после чего растворитель сливают по возможности полностью, а выделившиеся кристаллы серы переносят в стаканчик для взвешивания, который затем помещают в термостат (или сушильный шкаф).

Стаканчик для взвешивания с кристаллами серы выдерживают в течение 1,5—2 *ч* при температуре 30—40° С, а затем в течение 2 *ч* при температуре 55—60° С (но не выше), после чего стаканчик для взвешивания переносят в эксикатор.

Чистый препарат серы готовят каждый раз заново при установке титра раствора едкого натра.

3. Приготовление раствора едкого натра

Для приготовления раствора 0,150±0,010 *г* едкого натра растворяют в 200 *мл* дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 *мл*, после чего приливанием очищенного изопропилового спирта раствор в колбе доводят до метки и хорошо перемешивают.

Титр раствора едкого натра устанавливают по сере, растворенной в ацетоне.

4. Приготовление раствора серы

Для приготовления раствора навеску 0,07—0,08 *г* перекристаллизованной серы, взятую с точностью до 0,0002 *г*, растворяют в 150—170 *мл* очищенного ацетона. Растворение проводят в конической колбе с холодильником с впаянной трубкой при нагревании.

Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 *мл*, после чего приливанием ацетона уровень раствора в колбе доводят до метки при температуре 20° С, хорошо перемешивают и помещают колбу в водяную баню с температурой 20° С. Объем раствора в колбе 500 *мл* считают точным после того, как уровень раствора, доведенный до метки при температуре 20° С, не изменяется в течение 10—15 *мин*. Раствор в колбе сохраняют при температуре 20° С до окончания работы по установке титра.

Концентрацию серы в растворе (C) в *мг/мл* вычисляют по формуле:

$$C = \frac{G_1}{500},$$

где:

G_1 — навеска растворенной серы в *мг*;

500 — объем ацетона, в котором растворена навеска серы, в *мл*.

Раствор серы в ацетоне хранят не больше одного дня и готовят каждый раз заново при установке титра раствора едкого натра.

5. Установка титра раствора едкого натра

Титр раствора едкого натра устанавливают следующим образом. В чистую коническую колбу наливают 100 *мл* водно-ацетонового раствора, приливают точно 10 *мл* раствора серы в ацетоне (взятого при температуре 20° С), слегка перемешивают, соединяют колбу

с холодильником с впаянной трубкой и нагревают колбу на электроплитке до начала кипения раствора, после чего нагревание прекращают, добавляют в колбу две капли раствора бромкрезолового пурпурового и титруют содержимое колбы раствором едкого натра из бюретки до синевато-фиолетового окрашивания (на фоне белой бумаги), приливая раствор едкого натра небольшими порциями.

После получения синевато-фиолетового окрашивания раствора колбу снова нагревают с холодильником с впаянной трубкой; при этом окраска раствора может стать желтой или желто-зеленой. Титрование и периодическое нагревание колбы повторяют до получения синевато-фиолетового окрашивания, не исчезающего при нагревании. Если синевато-фиолетовое окрашивание сохраняется в течение 4—5 *мин* при слабом кипении раствора, титрование считают законченным и записывают объем раствора едкого натра, пошедший на титрование.

Получение раствора серы и титрование его раствором едкого натра производят три раза и за результат титрования принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

Для вычисления титра раствора едкого натра проводят контрольный опыт с теми же количествами водно-ацетонового раствора и индикатора, но без раствора серы, приливая раствор едкого натра из микробюретки.

За результат титрования в контрольном опыте берут среднее арифметическое двух определений.

Контрольный опыт проводят один раз для приготовленного количества водно-ацетонового раствора. Для вновь приготовленного водно-ацетонового раствора контрольный опыт проводят заново.

Результат титрования в контрольном опыте используют при вычислении титра едкого натра и при вычислении содержания серы в испытуемом топливе.

Титр раствора едкого натра, выраженный в *мг* элементарной серы на 1 *мл* (T), вычисляют по формуле:

$$T = \frac{10 \cdot C}{V_1 - V_2},$$

где:

10 — объем раствора серы в ацетоне, взятый для титрования, в *мл*;

C — концентрация серы в растворе в *мг/мл*;

V_1 — объем раствора едкого натра, пошедший на титрование в опыте с раствором серы, в *мл*;

V_2 — объем раствора едкого натра, пошедший на титрование в контрольном опыте, в *мл*.

Титрованный раствор едкого натра хранят в склянке в прохладном месте.

Титр раствора проверяют один раз в месяц.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6. Испытуемый нефтепродукт обрабатывают этиловым спиртом и раствором хлорной меди следующим образом.

В делительную воронку наливают 100 *мл* этилового спирта и 40 *мл* испытуемого нефтепродукта и содержимое воронки энергично встряхивают в течение 5 *мин*.

После разделения слоев в воронку приливают осторожно небольшими порциями по стенкам 10—15 *мл* дистиллированной воды. После полного разделения слоев нефтепродукта и спирта нижний (спиртоводный) слой сливают через кран воронки.

В измерительный цилиндр наливают 50 *мл* 20%-ного раствора хлорной меди, приливают 3—4 *мл* 0,1 н раствора соляной кислоты, перемешивают содержимое цилиндра и переносят в делительную воронку с нефтепродуктом, обработанным спиртом. Содержимое воронки встряхивают в течение 15 *мин*. После разделения слоев нижний слой (раствор хлорной меди) сливают через кран воронки.

В воронку приливают 100 *мл* дистиллированной воды и содержимое воронки энергично встряхивают в течение 1—2 *мин*. После разделения слоев нижний (водный) слой сливают через кран воронки, а нефтепродукт в воронке промывают еще раз дистиллированной водой. После вторичной промывки и отделения от воды нефтепродукт фильтруют через бумажный фильтр.

Примечание. (**Отменено** — «Информ. указатель стандартов» № 9 1964 г.).

7. Берут в предварительно взвешенную чистую сухую коническую колбу навеску испытуемого нефтепродукта, обработанного в соответствии с п. 6 настоящего стандарта. Навеску берут с точностью до 0,0002 *г* в следующих количествах (в зависимости от предполагаемого содержания элементарной серы):

12—15 *г* при содержании элементарной серы до 0,003% включительно,

8—10 *г* при содержании элементарной серы более 0,003%.

В колбу с навеской приливают 100 *мл* водно-ацетонового раствора, слегка перемешивают и далее проводят анализ в соответствии с п. 5 настоящего стандарта, добавляя раствор едкого натра из микробюретки небольшими порциями, по 0,05—0,10 *мл* через 5—10 *сек* при непрерывном перемешивании.

Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

8. Содержание в испытуемом нефтепродукте элементарной серы (S) в весовых процентах вычисляют по формуле:

$$S = \frac{(V_3 - V_2) \cdot T \cdot 100}{G_2},$$

где:

V_3 — объем раствора едкого натра, пошедший на титрование в опыте с испытуемым нефтепродуктом, в *мл*;

V_2 — объем раствора едкого натра, пошедший на титрование в контрольном опыте, в *мл*;

T — титр раствора едкого натра, выраженный в *мг* элементарной серы на 1 *мл*;

G_2 — навеска испытуемого нефтепродукта в *мг*.

9. Содержание элементарной серы вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Д. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

10. Расхождения между двумя параллельными определениями содержания элементарной серы не должны превышать 0,0002% в пересчете на нефтепродукт.

Содержание элементарной серы в нефтепродукте до 0,0002% включительно оценивается как отсутствие таковой.

Замена

ГОСТ 4167—61 введен взамен ГОСТ 4167—48.
ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 6236—58 в части стаканов и колб.
ГОСТ 9499—60 введен взамен ГОСТ 6236—58 в части холодильников.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 8613—64 введен взамен ГОСТ 8613—57.
ГОСТ 2603—63 введен взамен ГОСТ 2603—51.
ГОСТ 6371—64 введен взамен ГОСТ 6371—52.
ГОСТ 12026—66 введен взамен ГОСТ 7246—54 кроме п. 14, подпункта 4.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
