Издание официальное

СССР

Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 9427—60

Присадки и масла с присадками

УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРА

Additives and oils containing additives. Accelerated method bor the determination of chlorine content

Группа Б99

Метод, установленный настоящим стандартом, заключается в сжигании навески испытуемой присадки или нефтепродукта с присадкой в токе воздуха с последующим улавливанием выделившихся хлористого водорода и хлора раствором углекислого натрия и перекиси водорода и оттитровыванием их раствором азотнокислой ртути окисной.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на присадки и масла с присадками.

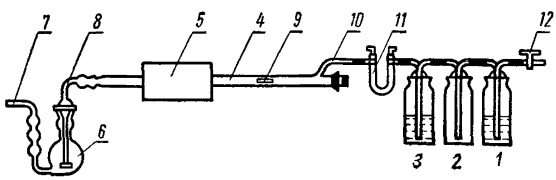
А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При ускоренном определении содержания хлора применяют следующую аппаратуру:

а) печь электрическую трубчатую горизонтальную длиной 130—140 *мм*, внутренним диаметром 20—22 *мм*, с нихромовой обмоткой, обеспечивающей температуру нагрева 900—950° С, или печь Марса;

б) лабораторный автотрансформатор типа ЛАТР-1 или ЛАТР-2 для регулирования температуры нагрева печи;

в) милливольтметр пирометрический по ГОСТ 9736—61 для работы в комплекте с термопарой хромель-алюмель с пределами измерений от 0 до 1100° С.



Черт. 1

Внесен Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти и газа и получению искусственного жидкого топлива

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 27/IV 1960 г.

Срок введения 1/X 1960 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

г) лодочку для сжигания фарфоровую по ГОСТ 9147—59 № 1 или № 2;

д) трубку кварцевую со шлифом *4* (черт. 1);

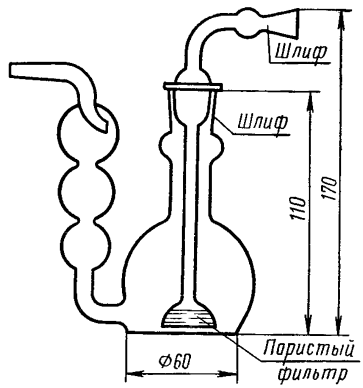
е) приемник (черт. 2), представляющий собой колбу вместимостью 250 *мл* с отводной трубкой, имеющей три шарообразных расширения; приемник соединяется с кварцевой трубкой с помощью колена, имеющего на конце пористую стеклянную пластинку;

ж) реометр для измерения скорости подачи воздуха с пределами измерения от 0 до 200 *мл* в минуту;

з) склянки Дрекселя вместимостью не менее 250 *мл* каждая (3 шт.);

и) водоструйный или вакуумный насос;

к) микробюретку по ГОСТ 1770—64 номинальной вместимостью 5 *мл*; микробюретку применяют в комплекте со склянкой, резиновым мехом для пульверизаторов и хлоркальциевыми трубками, заполненными натронной известью по ГОСТ 4455—48;



Черт. 2

л) пипетки по ГОСТ 1770—64, вместимостью 20 *мл*;

м) кислоту серную по ГОСТ 4204—66, «х. ч.» или «ч. д. а.»;

н) кислоту азотную по ГОСТ 4461—48, «х. ч.» или «ч. д. а.»;

о) натр едкий по ГОСТ 4328—66 «х. ч.» или «ч. д. а.», 40%-ный раствор;

п) натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63, «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,01 н раствор;

р) перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 177—55;

с) дифенилкарбозон (индикатор), 1%-ный спиртовой раствор;

т) ртуть азотнокислую окисную по ГОСТ 4520—48, «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,01 н титрованный раствор; титр раствора устанавливают по перекристаллизованному хлористому натрию по ГОСТ 4233—66, «х. ч.» или «ч. д. а.», с индикатором дифенилкарбозоном;

у) воду дистиллированную по ГОСТ 6709—53;

ф) силикагель по ГОСТ 3956—54.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Сборку прибора производят по схеме, показанной на черт. 1. Перед сборкой прибора склянку Дрекселя *1* наполняют приблизительно до половины 40%-ным раствором едкого натра, а склянку *3* концентрированной серной кислотой.

Между склянками *1* и *3* помещают пустую (предохранительную) склянку *2*, соединяют склянки между собой резиновыми трубками и присоединяют склянку *3* через U-образную трубку *11* к боковому отростку *10* кварцевой трубки *4*.

В приемник *6* наливают пипеткой 20 *мл* 0,01 н раствора углекислого натрия и 1 *мл* пергидроля, предварительно нейтрализованного по метиловому красному.

Приемник *6* через колено *8* присоединяют к кварцевой трубке *4*, установленной горизонтально в электропечи *5*. Отводную трубку *7* приемника соединяют с водоструйным (или вакуумным) насосом.

Перед проведением испытания собранный прибор проверяют на герметичность. Для этого закрывают кран *12* и с помощью водоструйного (или вакуумного) насоса создают в системе разрежение. При этом не должны появляться пузырьки воздуха в приемнике *6* и в склянках *3* и *1*.

Одновременно с проверкой на герметичность включают (через автотрансформатор) нагрев электропечи и постепенно нагревают ее до температуры 800—900° С.

Для измерения температуры нагрева печи вставляют в нее термопару так, чтобы спай ее находился в середине печи; концы термопары присоединяют к милливольтметру.

3. В фарфоровую лодочку берут навеску испытуемого продукта в количестве 0,05—0,20 *г*, распределяя ее равномерно по всему дну лодочки. Навеску засыпают силикагелем.

Примечание. При испытании присадки с содержанием хлора 20—30% навеску следует уменьшить до 0,005 *г*.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Вынимают из кварцевой трубки резиновую пробку и вставляют в трубку фарфоровую лодочку с навеской испытуемого продукта так, чтобы она достигла входа в печь.

Трубку быстро закрывают пробкой и начинают просасывать через систему воздух со скоростью 130—150 *мл* в минуту.

Сожжение навески испытуемого продукта производят в течение 30—35 *мин*, постепенно надвигая на трубку печь до тех пор, пока лодочка не окажется в середине печи.

5. По окончании сожжения навески постепенно передвигают печь в обратном направлении, отключают водоструйный (или вакуумный) насос, отсоединяют от кварцевой трубки приемник и промывают колено *8* (черт. 1) с пористой пластинкой 25 *мл* дистиллированной воды, сливая ее в приемник.

Содержимое приемника кипятят в течение 1 *мин* (для разложения перекиси водорода), охлаждают, подкисляют 1 *мл* 0,5 н раствора азотной кислоты и титруют 0,01 н раствором азотнокислой ртути

окисной в присутствии раствора дифенилкарбозона до появления фиолетового окрашивания.

6. Перед анализом испытуемого продукта проводят контрольный опыт без навески испытуемого продукта.

Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

7. Содержание хлора в испытуемом продукте в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0003546 \cdot 100}{G},$$

где:

V — объем точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути окисной, пошедший на титрование в опыте с испытуемым продуктом, в *мл*;

V_1 — объем точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути окисной, пошедший на титрование в контрольном опыте, в *мл*;

0,0003546 — количество хлора, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 н раствора азотнокислой ртути окисной, в *г*;

G — навеска испытуемого продукта в *г*.

8. Содержание хлора в испытуемом продукте определяют в двух параллельных навесках. Из результатов двух параллельных определений берут среднее арифметическое.

При получении результатов двух параллельных определений с расхождениями, превышающими допускаемые, производят третье определение и за результат анализа берут среднее арифметическое двух наиболее близких результатов, расхождения между которыми не превышают допускаемые.

Д. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

9. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать следующие величины:

Содержание хлора в %	Допускаемые расхождения
До 0,5	10% от величины меньшего результата
Более 0,5	5% от величины меньшего результата

Замена

ГОСТ 9736—61 введен взамен ГОСТ 6670—53.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 83—63 введен взамен ГОСТ 83—41.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4233—66 введен взамен ГОСТ 4233—48.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.