Издание официальное

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 8657—57
	Масла нефтяные МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ СЖИГАНИЕМ В ЛАМПЕ	Группа Б29

Настоящий стандарт распространяется на масла нефтяные и устанавливает метод определения содержания серы в маслах сжиганием в лампе, с последующим улавливанием образовавшегося сернистого ангидрида и определением его объемным способом.

Метод предназначается для определения суммарного содержания серы в маслах с кинематической вязкостью при 100° С не более 22 *сст*.

Применение метода устанавливается в стандартах, ведомственных технических условиях или иной документации.

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения применяют следующую аппаратуру, реактивы и материалы.

Аппарат для определения содержания серы в нефтепродуктах по ГОСТ 1572—67.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64;
бюретки вместимостью 50 *мл*,
пипетки вместимостью 25 *мл*.

Промывалка.

Водоструйный или иной насос, создающий разрежение.

Баня воздушная с водяным обогревом.

Бусы стеклянные диаметром 5—6 *мм* или кусочки стеклянных палочек длиной 8—10 *мм* и диаметром 5—6 *мм* из химически стойкого стекла.

Фильтр из хлопчатобумажных нитей с фитильной трубочкой.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—46 «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,05 н титрованный раствор.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—63 «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,3%-ный водный раствор.

Внесен Министерством нефтяной промышленности	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 31/XII 1957 г.	Срок введения 1/VII 1958 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

Бензин для промышленно-технических целей по ГОСТ 8505—57.

Метиловый оранжевый 0,05%-ный водный раствор (индикатор).

Эфир петролейный или другой легкий растворитель, не содержащий сернистых соединений.

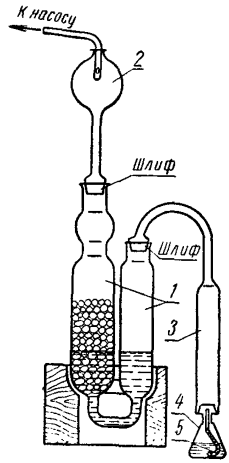
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Определение содержания серы необходимо проводить в провентилированном помещении, защищенном от резких колебаний воздуха.

3. Перед сборкой аппарата (см. чертеж) абсорбер *1*, брызгоуловитель *2* и ламповое стекло *3* тщательно промывают и ополаскивают дистиллированной водой.



Лампочку *4* и фитиль *5* промывают петролейным эфиром или другим легким растворителем, не содержащим сернистых соединений, и высушивают. Лампочку закрывают пробкой с фитильной трубочкой, через которую пропущен фитиль. Конец фитиля располагают по окружности дна лампочки.

4. Заполнение лампочек испытуемым маслом производят следующим образом. В предварительно взвешенную вместе с фитилем и колпачком чистую и сухую лампочку наливают испытуемое масло.

Масла с кинематической вязкостью при 100° С менее 10 *сст* берут в количестве 2—2,3 *мл*, масла с кинематической вязкостью 10 *сст* при 100° С и более — в количестве 0,9—1,0 *мл*.

Лампочку с испытуемым маслом снова взвешивают. Взвешивания производят с точностью до 0,0004 *г*. Вес испытуемого масла вычисляют по разности между весом лампочки с продуктом и весом пустой лампочки.

После взвешивания в лампочку с маслом добавляют бензин в отношении 2,5 : 1 для масел с кинематической вязкостью при 100° С менее 10 *сст* и в отношении 7 : 1 для масел с кинематической вязкостью при 100° С более 10 *сст*.

Таким же способом наполняют испытуемым продуктом вторую лампочку, а третью лампочку без взвешивания наполняют бензином в количестве, взятом для разбавления масла, с учетом количества

бензина, добавляемого в лампочку после сгорания масла (контрольный опыт).

Примечание. При анализе парафинистых нефтепродуктов для взятия навески продукт разогревают и в расплавленном состоянии заливают в предварительно взвешенную лампочку. После взвешивания лампочки с продуктом в нее добавляют разбавитель, лампочку закрывают колпачком и ставят на предварительно нагретую воздушную баню с водяным обогревом, где выдерживают до полного растворения продукта в разбавителе. Затем лампочку вынимают из бани и дальнейшее определение производят так же, как и определение беспарафинистых продуктов.

5. Брызгоуловители с помощью резиновых трубок и тройников соединяют между собой.

Всю систему аппаратов присоединяют к насосу, создающему разрежение.

Большие сосуды абсорберов *1* заполняют на $^2/_3$ стеклянными палочками или бусами, тщательно вымытыми дистиллированной водой, наливают в них из пипетки точно по 25 *мл* 0,05 н раствора углекислого натрия, устанавливают абсорберы в деревянные подставки и соединяют их с брызгоуловителями *2*. Затем абсорберы *1* соединяют с ламповыми стеклами *3*.

На резиновые трубки между брызгоуловителями и тройниками надевают винтовые зажимы.

III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6. После того как аппараты собраны, приводят в действие насос и устанавливают легкое равномерное просасывание воздуха через все абсорберы.

Затем снимают с лампочек колпачки, зажигают все лампочки и ставят их под ламповые стекла так, чтобы края фитильных трубочек находились не более чем на 8 *мм* выше нижнего края ламповых стекол Для зажигания лампочек пользуются пламенем, свободным от серы, например, пламенем спиртовки. Зажигание лампочек спичками не допускается.

Высоту пламени каждой лампочки устанавливают равной 6—8 *мм*. Регулирование высоты пламени производят легким постукиванием по лампочке, если пламя надо уменьшить, или вытягиванием иглой фитиля погашенной лампочки, если пламя надо увеличить. Скорость просачивания воздуха поддерживают равномерной во всех абсорберах и регулируют ее зажимами таким образом, чтобы пламя не коптило и чтобы брызги не забрасывало в брызгоуловители

7. Испытуемое масло в каждой лампочке сжигают полностью. После сжигания разбавленного масла в лампочку снова наливают 1—2 *мл* бензина, который также сжигают полностью.

Сжигание бензина в контрольном опыте проводят с таким расчетом, чтобы сгорание его закончилось одновременно со сгоранием

испытуемого масла. В случае, если бензин сгорит быстрее, в лампочку наливают спирт и продолжают сжигание до полного сгорания масла во всех лампочках.

8. По окончании сжигания дополнительной порции бензина лампочки гасят, накрывают их колпачками и через 3—5 *мин* выключают насос.

Аппараты разбирают. Брызгоуловители, ламповые стекла и верхние части абсорберов тщательно промывают струей дистиллированной воды из промывалки, собирая промывные воды в соответствующие абсорберы, в которых проводилось поглощение сернистого ангидрида раствором углекислого натрия.

В брызгоуловители и ламповые стекла при промывке добавляют по 1—2 капли метилового оранжевого для определения наличия сернистого ангидрида в промывных водах. Промывка ведется небольшими порциями, в несколько приемов, и считается законченной, если при добавлении раствора метилового оранжевого промывные воды в брызгоуловителях и ламповых стеклах не окрашиваются в розовый цвет. На промывку каждого аппарата расходуется 50—70 *мл* дистиллированной воды. Общее количество раствора метилового оранжевого расходуемого на каждый аппарат, должно составлять не более 10 капель.

Если при добавлении промывных вод с раствором метилового оранжевого в абсорбер, раствор в последнем окрашивается в розовый цвет, анализ аннулируют и испытание повторяют с меньшей навеской исследуемого масла ввиду того, что в данном случае раствора углекислого натрия оказалось недостаточным для нейтрализации сернистого ангидрида, образующегося при сожжении.

9. После промывки растворы в абсорберах титруют 0,05 н раствором соляной кислоты. Для перемешивания во время титрования присоединяют к большому резервуару каждого абсорбера (посредством пробки с пропущенной стеклянной трубкой) резиновую трубку и при помощи резиновой груши раствор попеременно перемещают из одного резервуара абсорбера в другой.

Первым титруют раствор с продуктами сгорания контрольной жидкости (бензина) до розового окрашивания (контрольный опыт).

Затем титруют растворы, содержащие продукты сгорания испытуемого масла.

Концом титрования считается момент, когда окраска титруемого раствора примет розовый цвет, идентичный цвету оттитрованного контрольного раствора.

Если на титрование будет израсходовано меньше 6 *мл* 0,05 н соляной кислоты, анализ аннулируют и испытание повторяют с меньшей навеской исследуемого масла.

IV. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

10. Содержание серы в испытуемом масле в весовых процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0008 \cdot 100}{G},$$

где:

V_1 — объем раствора соляной кислоты (в пересчете на точно 0,1 н раствор), пошедший на титрование контрольного опыта, в *мл*;

V_2 — объем раствора соляной кислоты (в пересчете на точно 0,1 н раствор), пошедший на титрование раствора после поглощения продуктов сгорания испытуемого масла, в *мл*;

0,0008 — вес серы, эквивалентный 1 *мл* 0,05 н раствора соляной кислоты, в *г*;

G — вес сгоревшего испытуемого масла в *г*.

11. Содержание серы в испытуемом масле вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

V. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

12. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать: 10% от величины меньшего результата — для продуктов с содержанием серы до 0,5% и 5% от величины меньшего результата — для продуктов с содержанием серы более 0,5%.

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—51.
ГОСТ 83—63 введен взамен ГОСТ 83—41.
ГОСТ 1572—67 введен взамен ГОСТ 1572—42.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
