

Утвержден и введен в действие
Постановлением Государственного
комитета СССР по стандартам
от 10 августа 1973 г. N 2121

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ СЖИГАНИЕМ В ЛАМПЕ

Petroleum products.
Determination of sulphur content by lamp method

ГОСТ 19121-73 (СТ СЭВ 3361-81)

Список изменяющих документов
(в ред. Изменения N 1, утв. в феврале 1979 г.,
Изменения N 2, утв. в апреле 1983 г.,
Изменения N 3, утв. в июне 1988 г.)

Группа Б19

ОКСТУ 0209

Дата введения
1 июля 1974 года

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Разработан и внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР.

Исполнители: Е.М. Никоноров, д-р хим. наук; В.В. Булатников, канд. техн. наук; В.Д. Милованов, канд. техн. наук; Т.Г. Скрябина, канд. техн. наук; Л.А. Садовникова, канд. техн. наук; Л.Г. Нехамкина, канд. хим. наук (руководители темы); Т.Н. Чекмасова; Т.И. Довгополая.

2. Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам (N 2121 от 10 августа 1973 г.).

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3361-81.

4. Взамен ГОСТ 1771-48 и ГОСТ 8657-57.

5. Ссылочные нормативно-технические документы

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83-79	1.1
ГОСТ 1770-74	1.1
ГОСТ 3118-77	1.1
ГОСТ 4204-77	1.1
ГОСТ 4220-75	1.1
ГОСТ 5962-67	1.1
ГОСТ 6709-72	1.1
ГОСТ 18300-87	1.1
ГОСТ 20292-74	1.1
ТУ 38.401-67-108-92	1.1
ТУ 92.865.007-90	1.1

6. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 3-93 от 17.02.93).

7. Переиздание (август 1993 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1979 г., апреле 1983 г., июне 1988 г. (ИУС 4-79, 7-83, 10-88).

Настоящий стандарт распространяется на светлые нефтепродукты с упругостью паров до

931·10² Па (700 мм рт. ст.), бензин, керосин, нефть, а также другие жидкие нефтепродукты, полностью сгорающие в лампе аппарата, и устанавливает метод определения содержания серы в продукте при ее массовой доле не менее 0,01%.

Стандарт не распространяется на нефть и масла с присадками.

Сущность метода заключается в сжигании нефтепродукта в лампе в чистом виде или после разбавления растворителем с последующим поглощением образовавшихся оксидов серы раствором углекислого натрия и титрованием соляной кислотой.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения содержания серы применяют:

аппараты для определения содержания серы в нефтепродуктах по ТУ 92.865.007-90, типа ОС или ОСУ;

бюретки вместимостью 10, 25 и 50 см³ исполнения 1, 3, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292-74;

пипетки вместимостью 2, 5, 10 и 25 см³ исполнений 1, 2, 4, 5, 6, 7 по ГОСТ 20292-74;

цилиндры исполнения 1, вместимостью 5 см³ по ГОСТ 1770-74;

промывалку с резиновой грушей;

насос стеклянный водоструйный по ГОСТ 25336-82 или другой насос, создающий разрежение;

баню водяную с электрообогревом;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствор;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83-79, 0,3%-ный раствор;

метилловый оранжевый (индикатор) 0,05%-ный раствор;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87 или спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-67;

нефрас С₂ или С₃ по ТУ 38.401-67-108-92 или петролейный эфир марки 70-100 или другой растворитель, выкипающий при 0 - 120 °С с массовой долей серы не более 0,001%, полностью смешивающийся с анализируемым продуктом и обеспечивающий горение с умеренной скоростью и без копоти;

фитиль из хлопчатобумажных нитей длиной не более 150 мм;

смесь хромовую, 4 - 5%-ный раствор двуххромовокислого калия по ГОСТ 4220-75 в концентрированной серной кислоте по ГОСТ 4204-77;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72;

фильтры бумажные;

весы лабораторные любого типа с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Определение содержания серы необходимо проводить в проветренном помещении, в месте, защищенном от резких колебаний воздуха. В помещении не должны проводиться работы с сернистыми соединениями и концентрированными кислотами.

2.2. Перед сборкой аппарата, ранее не применявшегося, а также в случае образования копоти на приборе после проведения испытания и не удаляемой механически, его моют хромовой смесью, затем тщательно промывают водопроводной водой, проверяя чистоту отмытки от кислоты по метиловому оранжевому, и ополаскивают дистиллированной водой.

2.3. Лампочку и фитиль промывают петролейным эфиром или бензином и высушивают. В лампочку вставляют фитильную трубочку или же пробу с фитильной трубочкой, через которую пропущен фитиль. Нижний конец фитиля помещают по окружности дна лампочки, наружный конец его срезают на уровне верхнего края фитильной трубочки и закрывают колпачком.

При сжигании легколетучих продуктов фитиль необходимо вставлять плотно, при сжигании менее летучих продуктов - более свободно. При каждом испытании необходимо использовать новый фитиль.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.4. Нефтепродукты, горящие в лампочке некопящим пламенем и сгорающие без остатка, сжигают без разбавления.

Нефтепродукты, которые в чистом виде не горят или плохо горят или дают сильную копоть (продукты термического и каталитического крекинга и продукты с повышенным содержанием ароматических и непредельных углеводородов), сжигают с разбавлением.

2.5. Заполнение лампочек испытываемым нефтепродуктом.

2.5.1. Заполнение лампочек при сжигании без разбавления. Испытуемый нефтепродукт

наливают в лампочку пипеткой или цилиндром, подготовленную по п. 2.3, в следующих количествах:
 4 - 5 см³ - авиационного бензина или его компонентов автомобильного бензина с массовой долей серы ниже 0,1%;
 2 - 3 см³ - керосина, реактивного и дизельного топлива.
 Лампочки закрывают колпачком и взвешивают с погрешностью не более 0,0004 г.
 (Измененная редакция, Изм. N 2, 3).
 2.5.2. Заполнение лампочки при сжигании с разбавлением.
 В лампочку, предварительно взвешенную (с колпачком, но без фитиля и фитильной трубочки) и подготовленную по п. 2.3, наливают испытуемый продукт в количествах, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Наименование нефтепродукта	Проба для анализа, см ³	Соотношение объемов растворителя и нефтепродукта
Бензин и его компоненты	От 1,0 до 3,0	1:1; 2:1 или 3:1
Дизельные топлива	От 0,9 до 1,0	3:1 или 4:1
Масла с кинематической вязкостью до 10 x 10 м ² /с при 100 °С	От 2,0 до 2,3	3:1
Масла с кинематической вязкостью свыше 10 x 10 м ² /с при 100 °С	От 0,9 до 1,0	7:1

Лампочку закрывают колпачком, взвешивают и добавляют растворитель в таком соотношении по объему, чтобы смесь хорошо горела и не образовывала копоти.

После разбавления и полного растворения нефтепродукта вставляют фитильную трубочку с фитилем.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

2.5.3. При испытании парафинистых нефтепродуктов продукт разогревают и в расплавленном состоянии заливают в предварительно взвешенную лампочку (без фитильной трубочки и фитиля); охлаждают до комнатной температуры, взвешивают и добавляют растворитель. Лампочку закрывают колпачком, ставят на водяную баню и выдерживают до полного растворения продукта, затем лампочку вынимают из бани, вставляют фитильную трубочку и дальнейшее определение проводят по разд. 3.

2.5.4. Если массовая доля серы в испытуемом нефтепродукте свыше 2,5%, объем пробы уменьшают до 0,4 - 0,5 см³.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.5.5. Массу испытуемого нефтепродукта определяют следующим образом: для нефтепродуктов, которые сгорают без разбавления, - по разности между массой лампочки с нефтепродуктом до испытания и массой лампочки после испытания;

для нефтепродуктов, которые горят с разбавлением, - по разности между массой лампочки с нефтепродуктом и массой лампочки, взвешенной перед испытанием.

Все взвешивания проводят с погрешностью не более 0,0004 г.

2.6. Для нефтепродуктов, сгорающих без разбавления, ставят контрольный опыт, наливая в одну из лампочек (без взвешивания) 4 - 5 см³ спирта. Для нефтепродуктов, сгорающих с разбавлением, проводят контрольный опыт, наливая в лампочку (без взвешивания) растворитель в количестве, взятом для разбавления нефтепродукта, учитывая 2 см³ на промывку фитиля.

2.7. При применении аппарата типа ОСУ пробу нефтепродукта помещают равномерно в три лампочки. Для контрольного опыта растворитель помещают также в три лампочки.

При разногласиях, возникающих в оценке качества продукции, применяют аппарат типа ОС.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.8. Собирают аппараты, каплеуловители соединяют между собой с помощью резиновых трубок и тройников. Всю систему аппаратов присоединяют к насосу, создающему разрежение.

2.9. В абсорберы аппаратов пипеткой или из бюретки наливают 10 см³ раствора углекислого натрия и 15 см³ дистиллированной воды при массовой доле серы в нефтепродукте до 0,5% и 25 см³ раствора углекислого натрия при массовой доле серы в нефтепродукте свыше 0,5%.

Абсорберы устанавливают в подставки и соединяют с каплеуловителями и ламповыми стеклами. На резиновые трубки между каплеуловителями и тройниками надевают винтовые зажимы.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. После того как аппараты собраны, приводят в действие насос и устанавливают равномерное всасывание 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.

Зажигание проводят поднесением пламени, свободным от серы, спиртовки к каждой установленной лампочке с испытуемым нефтепродуктом. Зажигание лампочек спичками не допускается.

Высоту пламени каждой лампочки устанавливают 6 - 8 мм.

Высоту пламени регулируют легким постукиванием лампочки для его уменьшения или вытягиванием иглой фитиля погашенной лампочки для его увеличения.

Скорость всасывания воздуха поддерживают одинаковой во всех абсорберах и регулируют ее зажимами так, чтобы пламя не коптило и чтобы брызги не забрасывало в каплеуловители.

3.2. Испытуемый нефтепродукт в каждой лампочке сжигают полностью. После сжигания разбавленного нефтепродукта в лампочку снова наливают по 1 см³ растворителя дважды, который также сжигают полностью.

3.3. По окончании сжигания дополнительной порции растворителя лампочку гасят, закрывают ее колпачком и через 3 - 5 мин выключают насос.

Лампочку в контрольном опыте гасят одновременно с окончанием сжигания растворителя в лампочках с пробами.

3.4. Аппарат разбирают, каплеуловитель, ламповое стекло и верхнюю часть абсорбера тщательно промывают струей дистиллированной воды, подкрашенной метиловым оранжевым (7 см³ на 1 дм³ воды), и сливают в абсорбер, в котором проводилось поглощение окислов серы раствором углекислого натрия. Промывку каждого аппарата проводят небольшими порциями, расходуя 50 - 70 см³ дистиллированной воды, и считают законченной, если промывные воды не окрашены в розовый цвет.

3.5. Растворы в абсорберах перемешивают при помощи водоструйного насоса, груши или воздуха, присоединяя их к большому резервуару абсорбера посредством пробки с пропущенной через нее стеклянной трубкой, попеременно перемещая раствор из одного резервуара абсорбера в другой. Если при этом раствор в абсорбере окрашивается в розовый цвет, испытания повторяют с меньшей навеской нефтепродукта.

3.3 - 3.5. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.6. Первым титруют раствор с продуктами сгорания контрольной жидкости (растворителя или спирта) раствором соляной кислоты до розовой окраски (контрольный опыт). При титровании растворы перемешивают по п. 3.5.

Затем титруют раствор, содержащий продукты сгорания испытуемого нефтепродукта. Концом титрования считается момент, когда окраска титруемого раствора примет розовый цвет, идентичный цвет оттитрованного контрольного раствора.

3.7. Если расхождение между результатами титрования контрольного раствора до и после сжигания спирта или растворителя превышает 0,05 см³, то это указывает на загрязненность воздуха серой, помещение проветривают и испытания повторяют.

3.8. Если на титрование израсходовано меньше 3 см³ (в абсорбер помещено 10 см³ раствора углекислого натрия) или меньше 6 см³ (в абсорбер помещено 25 см³ раствора углекислого натрия) раствора соляной кислоты, то испытание не принимают в расчет и повторяют с меньшей навеской нефтепродукта.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0,0008 \cdot 100}{m},$$

где V - объем 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

V₁ - объем 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора после поглощения продуктов сгорания нефтепродукта, см³;

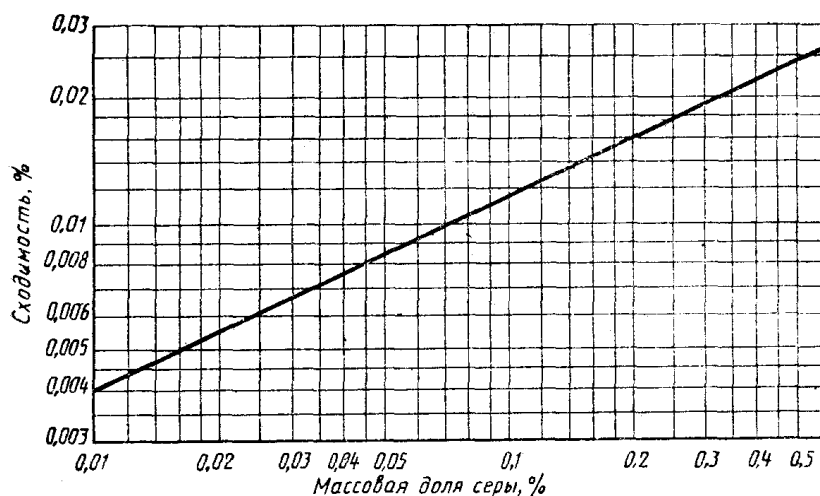
K - поправочный коэффициент к титру 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора соляной кислоты;

0,0008 - масса серы, эквивалентная 1 см³ 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора соляной кислоты, г;

m - масса испытуемого продукта, г.
(Измененная редакция, Изм. N 2).

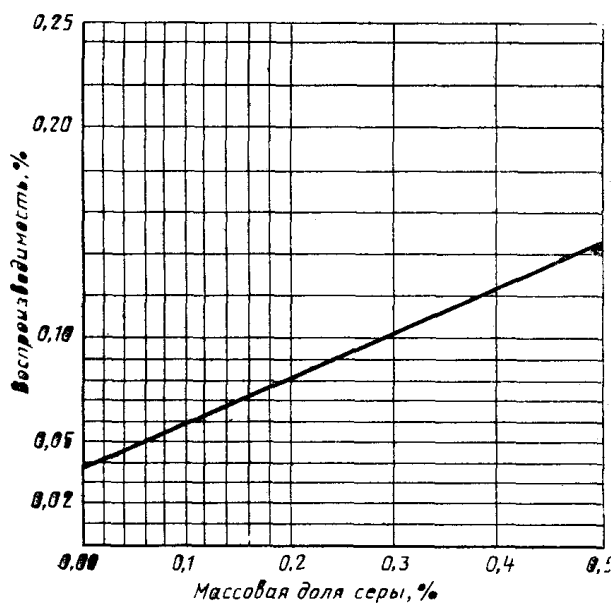
4.2. За результат определения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Два результата определений, полученных одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных на черт. 1 (для массовой доли серы до 0,5%) и 0,030% - (для массовой доли серы свыше 0,5%).



Черт. 1

4.3. Два результата испытаний, полученных в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных на черт. 2 (для массовой доли серы до 0,5%) и 0,12% - (для массовой доли серы свыше 0,5%).



Черт. 2

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. N 3).