

20242-74  
Изд. 1,2,3



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРА

ГОСТ 20242—74

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

## ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ

## Метод определения хлора

Additives and oils containing additives.  
Method for determination of chlorine

ОКСТУ 0209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 4 октября 1974 г. № 2301 срок введения установлен

с 01.01.77

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 20.12.85 № 4352  
срок действия продлен

~~с 01.01.92~~

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

штс 3-92

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания хлора свыше 0,1% в присадках и маслах с присадками.

Сущность метода заключается в сжигании испытуемого нефтепродукта в калориметрической бомбе в атмосфере кислорода с поглощением продуктов горения раствором углекислого натрия и последующем титрованием раствором азотнокислой окисной ртути в присутствии индикатора дифенилкарбазона.

## 1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При проведении испытаний применяются:

бомбы калориметрические, самоуплотняющиеся ЛБС или другого типа. Каждая калориметрическая бомба должна иметь свидетельство об испытании ее гидростатическим давлением на 10,0 МПа (100 кгс/см<sup>2</sup>).

Допускается проводить испытание на установке типа СБ в соответствии с инструкцией по эксплуатации установки;

трансформатор для получения тока напряжением 10—12 В или другой источник тока указанного напряжения для зажигания навески испытуемого продукта;

редуктор кислородный по ГОСТ 13861-80;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



\* Переиздание (январь 1988 г.) с Изменениями № 1, 2,  
утверждено в январе 1980 г. и декабре 1985 г. (НУС 1-81, 4-86).

ВДЧС "ТРХНВГУ"

Издательство стандартов, 1988

ГОСТ

манометр высокого давления (ГОСТ 8625—77) на 25,0—30,0 МПа (250—300 кгс/см<sup>2</sup>) (предельное давление) для измерения давления в кислородном баллоне и манометр низкого давления на 3,0—4,0 МПа (30—40 кгс/см<sup>2</sup>) (предельное давление 6,0—7,5 МПа (60—75 кгс/см<sup>2</sup>);

трубки медные цельнотянутые с внутренним диаметром 1—1,5 мм с припаянными к ним ниппелями, служащие для соединения бомбы через манометр с кислородным баллоном;

тигли кварцевые вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 19908—80;

проволока для запала железная, никелиновая, константановая или медная диаметром 0,1—0,3 мм;

стакан типа В, исполнения 1 или 2, вместимостью 250—600 см<sup>3</sup> из стекла ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82;

колбы типа Кн, исполнения 1 или 2, вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

промывалка с резиновой грушей вместимостью 50—1000 см<sup>3</sup>;

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

микробюретка номинальной вместимостью 10 см<sup>3</sup>,

пипетка вместимостью 1 см<sup>3</sup>,

колба мерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup>;

эфир петролейный;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч. или ч. д. а., концентрированная и раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 х. ч. или ч. д. а., водный раствор 0,01 моль/дм<sup>3</sup>;

дифенилкарбазон (индикатор), 1%-ный спиртовой раствор;

ртуть азотнокислая окисная по ГОСТ 4520—78, х. ч. или ч. д. а., раствор 0,005 моль/дм<sup>3</sup>;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч. или ч. д. а., перекристаллизованный и высущенный при 105°C в течение 2 ч;

масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164—78;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

кислород по ГОСТ 5583—78, сжатый в баллоне;

весы лабораторные, 2-го класса с пределами взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104—80 или аналогичные с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2)

## 2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора азотнокислой окисной ртути

1,623 г азотнокислой окисной ртути, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью

1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 3 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, объем раствора доводят водой до мерки и тщательно перемешивают.

2.2. Установление поправочного коэффициента *K* к титру 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора азотнокислой окисной ртути

В три колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 0,002—0,003 г хлористого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г.

Затем в колбы вносят по 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 0,5 моль/дм<sup>3</sup> и титруют раствором азотнокислой окисной ртути в присутствии индикатора дифенилкарбазона до появления розовой окраски раствора.

Поправочный коэффициент (*K*) к титру вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{V \cdot 0,000585} ,$$

где *m* — масса хлористого натрия, взятое для титрования, г;

*V* — объем раствора азотнокислой окисной ртути, израсходованный на титрование хлористого натрия, см<sup>3</sup>;

0,000585 — количество хлористого натрия, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора азотнокислой окисной ртути, г.

2.3. Перед испытанием редуктор, манометры, ниппели и медные трубы должны быть обезжирены. Смазка соединительных частей с баллоном со сжатым кислородом не допускается. В случае загрязнения их смазочным или другим маслом оно должно быть тщательно удалено промыванием бензином, а затем спиртом или эфиром.

Манометр и соединительные медные трубы должны иметь паспорт о проверке гидростатическим давлением.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В кварцевый тигель берут массу присадки или масла с присадкой с погрешностью не более 0,0002 г в зависимости от предполагаемого содержания хлора, пользуясь табл. I. Если содержание хлора в образце неизвестно, проводят предварительный опыт с массой образца около 0,20 г.

Таблица I

Содержание хлора, %	Масса нефтепродукта, г
До 1	0,40—1,50
Св. 1 до 2	0,20—0,40
Св. 2 до 5	0,05—0,20
Св. 5	0,02—0,05

3.2. Тигель с массой испытуемого продукта устанавливают в кольцо внутри калориметрической бомбы, на дно которой предварительно наливают 20 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия 0,005 моль/дм<sup>3</sup> и погружают в продукт среднюю часть запальной проволоки, прикрепленной защищенными концами к токоведущему штифту и кислородоподводящей медной трубке. При не большой массе, когда запальная проволока не погружается в испытуемый продукт, в тигель добавляют 0,2—0,3 г масла, не содержащего хлор.

3.3. Крышку бомбы завинчивают, ставят бомбу в подставку, присоединяют ее через редуктор или тройник манометра к кислородному баллону и осторожно наполняют бомбу кислородом до давления 3—4 МПа (30—40 кгс/см<sup>2</sup>). При отсутствии редуктора допускается устанавливать манометр низкого давления на специальную подставку, имеющую предохранительный клапан, отрегулированный до давления 4 МПа (40 кгс/см<sup>2</sup>).

Когда стрелка манометра остановится на требуемом давлении, закрывают сначала впускной вентиль бомбы, затем вентиль баллона, отключают кислородоподводящую трубку бомбы и закрывают резьбовыми пробками отверстия в крышке бомбы, ведущие к впусканому и выпускному вентилям. Бомбу, наполненную кислородом, погружают в водянную баню для проверки на герметичность. При выделении из бомбы пузырьков кислорода, бомбу вынимают из воды и добиваются герметичности, после этого дополняют бомбу кислородом.

3.4. Подключают к наружным клеммам бомбы провода, соединенные с источником тока низкого напряжения (10—12 В), и замыкают на 5—6 с цепь электрического тока. При этом происходит сгорание запальной проволоки и испытуемого продукта. Признаком сгорания продукта служит нагревание корпуса бомбы.

Для охлаждения бомбу выдерживают в водянной бане 10 мин, затем бомбу вынимают из воды, ставят в подставку, прикрепленную к столу, и осторожно открывают выпускной клапан с таким расчетом, чтобы давление в бомбе упало до атмосферного не раньше чем через 5 мин.

Если после пропускания электрического тока не произошло нагревания корпуса бомбы или при отвинчивании крышки бомбы обнаружено неполное сгорание испытуемого продукта, определение считают недействительным и повторяют его заново.

3.5. Раствор из бомбы вместе с кварцевым тиглем переносят в стеклянный стакан вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, тщательно обмывают с помощью промывалки все внутренние части бомбы дистиллированной водой. Все промывные воды (150—200 см<sup>3</sup>) собирают в тот же стакан.

Содержимое стакана подкисляют 1 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором азотной кислоты и титруют раствором азотнокислой окисной ртути в присутствии 10—15 капель индикатора — дифенилкарбазона до появления розовой окраски.

Перед анализом испытуемого продукта проводят контрольный опыт. Для этого берут медицинское вазелиновое масло и определение проводят как указано выше (но без испытуемого продукта).

### 3.2—3.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0003546 \cdot K \cdot 100}{m_1},$$

где  $V_1$  — объем раствора азотнокислой окисной ртути, израсходованный на титрование испытуемого продукта, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора окисной азотнокислой ртути, израсходованный на титрование в контролльном опыте, см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент к титру раствора азотнокислой окисной ртути;

$m_1$  — масса испытуемого продукта, сожженного в бомбе, г;

0,0003546 — количество хлора, соответствующее 1 см<sup>3</sup> точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора азотнокислой окисной ртути, г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений.

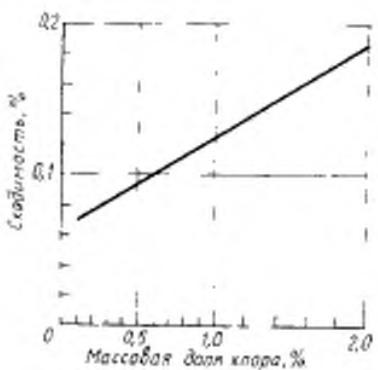
### (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4.2.1. Сходимость метода

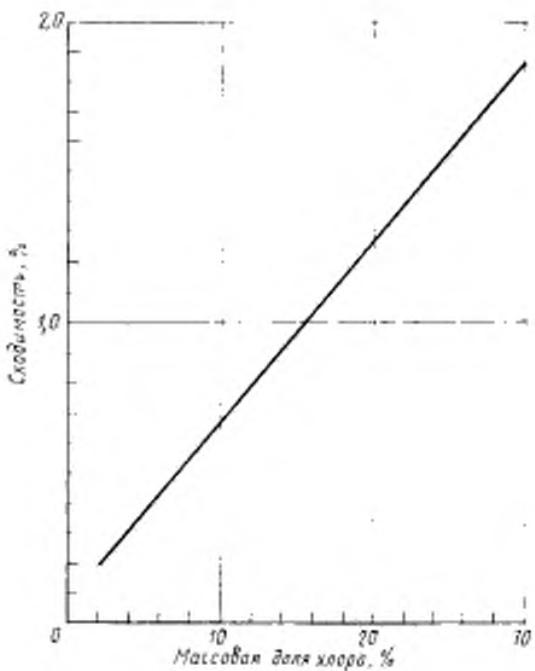
Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения для большего результата, приведенного на черт. 1 и 2.

#### 4.2.2. Воспроизводительность метода

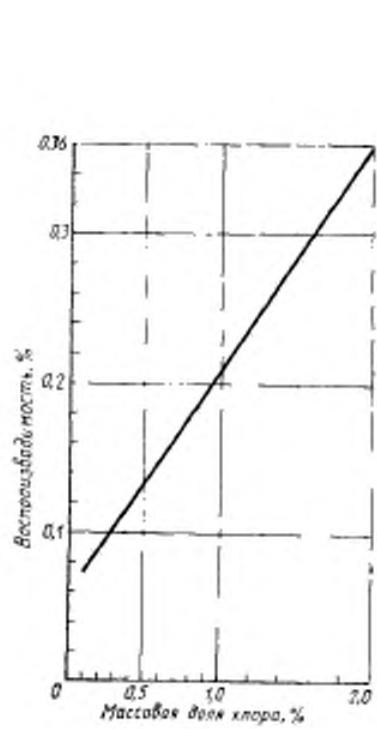
Два результата определений, полученные в двух лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения для большего результата, приведенного на черт. 3 и 4.



Черт. 1

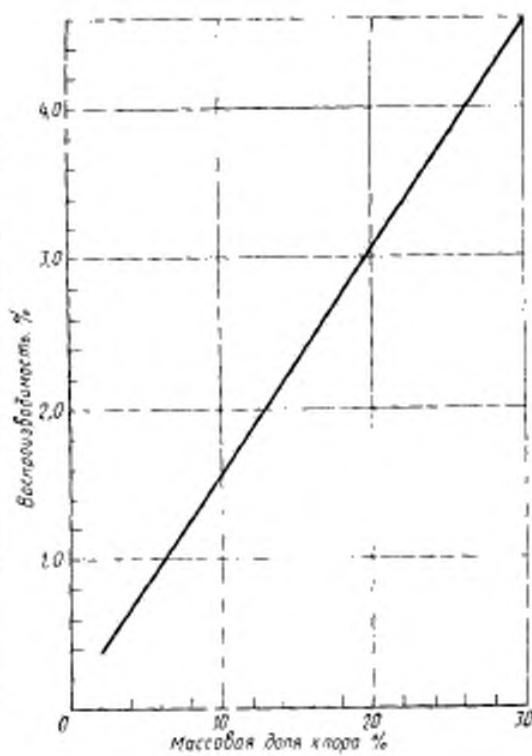


Черт. 2



Черт. 3

4.2.1, 4.2.2. (Введены дополнительно, Изм. № 2).



Черт. 4

Редактор Р. С. Федорова  
Технический редактор Э. В. Митяй  
Корректор С. И. Ковалева

Сдано в наб. 07.05.87 Подп. в печ. 20.01.88 0.75 усл. п. л. 0.75 усл. хр.-отт. 0.69 уч. изд. л.  
Тираж 5000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП.  
Новомосковский пер., д. 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугас, 12/14. Зак. 2456.

Изменение № 3 ГОСТ 20242—74 Присадки и масла с присадками. Метод определения хлора

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 07.04.92 № 369

Дата введения 01.08.92

Вводная часть. Первый абзац после слова «хлора» дополнить словами: «в массовых долях»;

второй абзац. Заменить слова: «раствором азотно-кислой окисной ртути» на «раствором азотно-кислой 1-водной ртути (II)».

Пункт 1.1. Шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 8625—77 на ГОСТ 2405—88;

после шестого абзаца изложить в новой редакции: «трубки медные цельнотянутые с внутренним диаметром 1,0—1,5 мм с припаяанными к ним ниппелями, служащие для соединения бомбы через манометр с кислородным баллоном;

тигли кварцевые вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 19908—90;

проволока для запала железная, никелиновая, константановая или медная диаметром 0,1—0,3 мм;

стакан типа В, исполнения 1 или 2, вместимостью 250—600 см<sup>3</sup> из стекла ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82;

колбы типа Кн, исполнения 1 или 2, вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

промывалка с резиновой грушей вместимостью 50—1000 см<sup>3</sup>.

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

бюretka 1, 2, 3—2—10—0,05 или 7—2—10—0,02, 6—2—5—0,02 по ГОСТ 20292—74;

(Продолжение см. с. 22)

(Продолжение изменения к ГОСТ 20242—74)

пипетка вместимостью 1 см<sup>3</sup> любого исполнения и пипетка 6,7—2—5—0,05 по ГОСТ 20292—74;

колба мерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup>;

эфир петролейный;

кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч. или ч. д. а., концентрированная и раствор с (HNO<sub>3</sub>) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79, х. ч. или ч. д. а., водный раствор с (1/2 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.);

дифенилкарбазон (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %, по ГОСТ 4919.1—77;

ртуть (II) азотно-кислая 1-водная по ГОСТ 4520—78, х. ч. или ч. д. а., раствор с (1/2Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.);

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч. или ч. д. а., перекристаллизованный и высушенный при 105 °С в течение 2 ч.;

масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164—78;

вода дистиллированная pH 5,4—6,6;

хислород по ГОСТ 5583—78, скатый в баллоне;

весы лабораторные, 2-го класса с пределами взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104—88 или аналогичные с погрешностью не более 0,0002 г;

цилиндр 1,3—25 по ГОСТ 1770—74;

карандаши любого исполнения по ГОСТ 25336—82».

Пункт 2.1. Наименование изложить в новой редакции: «2.1. Приготовление раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) с (1/2Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.)»;

первый абзац. Заменить слова: «1,623 г азотно-кислой окисной ртути» на «(1,7 ± 0,1) г азотно-кислой 1-водной ртути (II)»;

дополнить словами: «Раствор годен к употреблению через 2 сут. Раствор хранят в склянке из темного стекла».

Пункт 2.2. Наименование изложить в новой редакции: «Определение коэффициента поправки раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) с (1/2Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.)»;

• (Продолжение см. с. 23)

(Продолжение изменения к ГОСТ 20242—74)

второй абзац. Заменить слова: «раствором азотно-кислой окисной ртути» на «раствором азотно-кислой 1-водной ртути (II)»; третий абзац. Заменить слова: «Поправочный коэффициент ( $K$ ) к титру» на «Коэффициент поправки ( $K$ )»;

экспликацию для  $V$  и 0,000585 изложить в новой редакции: « $V$  — объем раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II)  $c(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\cdot\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , израсходованный на титрование хлористого натрия,  $\text{см}^3$ ;

0,000585 — масса хлористого натрия, соответствующая 1  $\text{см}^3$  раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) концентрации точно  $c(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\cdot\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , г».

Пункт 2.2 дополнить абзацем: «Для установления коэффициента поправки используют не менее трех навесок хлористого натрия. Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждой навеске хлористого натрия. Расхождения между коэффициентами не должны превышать 0,0010%».

Пункт 3.1. Заменить слова: «табл. 1» на «таблицей».

Пункт 3.2. Заменить значение: 0,006 моль/дм<sup>3</sup> на  $c(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ .

Пункт 3.5. Второй абзац. Заменить слова: «раствором азотно-кислой окисной ртути» на «раствором азотно-кислой 1-водной ртути (II)».

Пункт 4.1. Экспликацию изложить в новой редакции: « $V_1$  — объем раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II)  $c(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\cdot\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , израсходованный на титрование испытуемого продукта,  $\text{см}^3$ ;

$V_2$  — объем раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II)  $c(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\cdot\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , израсходованный на титрование в контрольном опыте,  $\text{см}^3$ ;

$K$  — коэффициент поправки раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II)  $c(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\cdot\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ ;

$m_1$  — масса испытуемого продукта, сожженного в бомбе, г;

0,0003546 — масса хлора, соответствующая 1  $\text{см}^3$  раствора азотно-кислой 1-водной ртути (II) концентрации точно  $c(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\cdot\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , г».

Пункт 4.2.2. Заменить слово: «определенний» на «испытаний»

(ИУС № 7 1992 г.)