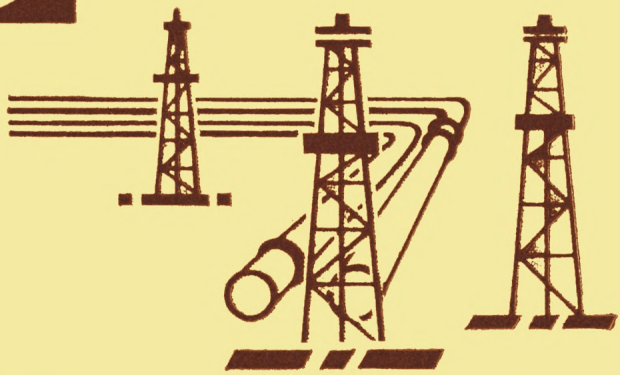


НЕФТЕПРОДУКТЫ
МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ЧАСТЬ 1

предприятий

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Часть I

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва
1987

УДК 665.521.001.4(083.7)

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Нефтепродукты. Методы испытаний» часть I содержит стандарты, утвержденные до 1 марта 1987 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

Н $\frac{30801}{085(02)-87}$—87

© Издательство стандартов, 1987

Группа Б09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ ТЯЖЕЛЫЕ

Метод определения содержания серы сжиганием в калориметрической бомбе

Petroleum products. Determination of sulfur content by calorimetric bomb method

ГОСТ 3877—49*

(СТ СЭВ 2874—81)

Взамен ГОСТ 3877—47

Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов при Совете Министров Союза ССР 26 октября 1949 г. Срок введения установлен

с 01.01.50

Постановлением Госстандарта от 29.05.85 № 1537 срок действия продлен

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты, включая смазочные масла с присадками, пластичные смазки, присадки, содержание серы в которых не менее 0,1% (по массе).

Настоящий стандарт не распространяется на продукты, которые при сжигании образуют нерастворимые в воде осадки, и на отработанные масла.

Сущность метода заключается в сжигании массы продукта в калориметрической бомбе, в среде кислорода под давлением с последующим определением серы гравиметрически в виде сульфата бария.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2874—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Установка для определения серы сжиганием в калориметрической бомбе в соответствии с рекомендуемым приложением.

Бомба калориметрическая вместимостью 250—500 см^3, рассчитанная на давление 10,0 МПа. Внутренняя поверхность бомбы должна изготавливаться из нержавеющего материала.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1983 г. (ИУС 7—83).*

Допускается применение бомбы другого типа.

Эксикатор 2—190, 250 по ГОСТ 25336—82.

Тигель высокий 3, 4 по ГОСТ 9147—80, тигель В-10 по ГОСТ 19908—80 или тигель кварцевый (высота 20 мм, верхний диаметр 20 мм, нижний — 10 мм).

Муфель электрический, обеспечивающий нагревание до (800±±20)°С.

Термопара хромель-алюмель типа ТХА по ГОСТ 3044—84.

Щипцы для тиглей длиной приблизительно 350 мм.

Баня водяная.

Электрическая плитка с закрытой спиралью.

Стаканы ВН-250, 400, 600 ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронки В56—80, В75—110 XV—1 по ГОСТ 25336—82.

Промывалка вместимостью 500—1000 см³ с резиновой грушей.

Весы аналитические марки ВЛА-200 или ВЛР-200.

Цилиндр 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Термостат.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Запальная проволока: железная, никелиновая, медная или платиновая диаметром не более 0,5 мм; проволоку разрезают на равные отрезки длиной 60—120 мм (в зависимости от устройства внутренней арматуры бомбы и системы запала).

Кислород сжатый в баллоне.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч. или ч. д. а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, 10%-ный водный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 3%-ный водный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Метиловый оранжевый (индикатор), 0,02%-ный водный раствор.

Фильтры обеззоленные плотные («синяя лента») диаметром 70—90 мм.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Углекислый натрий по ГОСТ 83—79, ч. д. а., 5%-ный водный раствор.

Масло, не содержащее серу, используемое как разбавитель.

Бензин-растворитель для резиновой промышленности по ГОСТ 443—76.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300– 72.

Эфир петролейный.

Насыщенный раствор бромной воды: 3 г брома растворяют в 100 г воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3. При использовании новой бомбы или после ее ремонта внутреннюю часть бомбы и каналы в крышке бомбы тщательно промывают бензином, спиртом (или эфиром), высушивают и промывают дистиллированной водой.

Перед повторным проведением анализа бомбу промывают горячей дистиллированной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. Проверяют техническое состояние частей калориметрической бомбы, не допуская забоин на резьбовых соединениях и механических повреждений штуцеров и электрода.

Проверяют герметичность соединений кислородной системы и аппаратуры. Применение углеводородной смазки для соединительных частей аппаратуры при работе со сжатым кислородом запрещается.

5. Калориметрические бомбы периодически подвергают гидравлическому испытанию, руководствуясь правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением и указаниями, изложенными в паспорте, прилагаемому к аппарату.

6. В тигель помещают образец массой, указанной в табл. 1, взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г.

Таблица 1

Массовая доля серы в образце, %	Масса образца, г	Масса масла (разбавителя), г
До 5	От 0,6 до 0,8	0,0
Св. 5	От 0,3 до 0,4	От 0,3 до 0,4

7. В бомбу наливают 10 см³ 5%-ного раствора углекислого натрия.

Тигель с анализируемым нефтепродуктом устанавливают в тигель-держатель крышки бомбы.

Отрезают запальную проволоку длиной 60—120 мм и закрепляют ее в клеммах двух стержней так, чтобы середина проволоки погружалась в тигель с нефтепродуктом.

Вставляют крышку в стакан бомбы и завинчивают накидную гайку вручную.

Очень осторожно, чтобы не раздуть массу исследуемого нефтепродукта, заполняют бомбу кислородом до давления от 2,5 до 4,0 МПа. Давление может быть уточнено по рабочей документации на бомбу.

После заполнения бомбы кислородом, ее отсоединяют от баллона с кислородом и погружают в воду для проверки на герметичность.

Для сжигания образца подключают токоведущий провод к электроду бомбы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. III. **(Исключен, Изм. № 1).**

IV. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

10. Определяют готовность установки к сжиганию массы исследуемого нефтепродукта. Включают ток. Признаком сгорания исследуемого нефтепродукта служит загорание сигнальной лампы и нагревание корпуса бомбы.

11. Охлаждают бомбу в течение 10 мин в водяной бане, вынимают и осторожно выпускным клапаном сбрасывают давление до атмосферного в течение 5 мин.

Отвинчивают гайку, вынимают крышку с тигеледержателем из бомбы, тщательно проверяют на внутренней поверхности корпуса и крышки бомбы отсутствие следов нефтепродукта или сажеобразных отложений.

При наличии сажеобразного налета на внутренней поверхности или арматуре бомбы, испытания повторяют, наполняя бомбу кислородом до достижения давления на 0,5—1,0 МПа больше предыдущего. Готовят бомбу к новому опыту по пп. 3—5.

В случае проведения повторного испытания допускается увеличение давления до величины в соответствии с требованиями, предъявляемыми к сосудам, работающим под давлением. В случае невозможности повышения давления уменьшают массу испытуемого нефтепродукта.

12. При отсутствии налета на внутренней поверхности тщательно промывают горячей дистиллированной водой внутренние части бомбы, в том числе тигель.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

13. Все промывные воды, объем которых не должен превышать 350 мл, собирают в химический стакан, обращая особое внимание на то, чтобы разбрызгиванием или иным образом не растерять части жидкости из бомбы, и отфильтровывают через бумажный фильтр от присутствующих механических загрязнений (кусочков окалины и т. д.). После этого фильтр тщательно промывают дистиллированной водой, а промывные воды присоединяют к фильтрату.

Для полноты окисления фильтрата допускается добавление в него 10 см^3 насыщенного раствора бромной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

14. В полученный фильтрат прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и приливают крепкой соляной кислоты до слабокислой реакции, после чего раствор нагревают до кипения.

К горячему раствору приливают по каплям при помешивании

стеклянной палочкой 10 см³ горячего раствора хлористого бария (при этом выпадает в осадок образовавшийся сернокислый барий), после чего стакан с раствором ставят на кипящую водяную баню. Когда произойдет осветление раствора, производят пробу на полноту осаждения сульфата, прибавляя к раствору еще несколько капель раствора хлористого бария. Если при этом не образуется муть, то осаждение считается полным, в противном случае прибавляют горячий раствор хлористого бария до тех пор, пока вновь прилитая порция не перестанет давать муть.

Стакан нагревают на кипящей бане в течение 2 ч, после чего оставляют его на 2 ч при температуре 60—70° С и на 20—30 мин при комнатной температуре или оставляют на 12—16 ч при комнатной температуре.

15. Отстоявшуюся в стакане жидкость фильтруют через беззольный фильтр, сливая раствор на фильтр по стеклянной палочке. Осадок в стакане промывают горячей дистиллированной водой сначала декантацией, затем на фильтре до полного удаления хлор-ионов.

Для определения полноты удаления хлор-ионов берут в пробирку 3—5 см³ фильтрата от последней промывки и добавляют к нему 3—4 капли раствора азотнокислого серебра. Если при этом не выпадает осадок хлористого серебра или образуется только легкая опалесценция, промывку считают законченной.

16. Влажный фильтр с осадком сернокислого бария сначала слегка подсушивают, не вынимая из воронки, в сушильном шкафу с температурой до 100° С, а затем фильтр снимают с воронки, складывают вчетверо и помещают в доведенный до постоянной массы фарфоровый тигель, слегка уплотняя его в последнем.

Осторожно подогревают тигель (на плитке или горелке), фильтр сначала высушивают, затем обугливают, не давая загореться. Дальнейшее прокаливание тигля с осадком производят в муфеле при 800±20° С до тех пор, пока остаток не станет совершенно белым.

После этого тигель переносят на асбест, охлаждают при комнатной температуре в течение 5 мин, помещают в эксикатор, выдерживают 30 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

16а. Одновременно проводят контрольный опыт, используя и применяя все указанные реактивы и масло, не содержащее серу. Выполняют все операции согласно пп. 10—16.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

V. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

17. Содержание серы (S) в испытуемом нефтепродукте в процентах вычисляют по формуле

$$S = \frac{32,06\,(m_1 - m_3)\,100}{233,42 \cdot m_2} = \frac{13,73\,(m_1 - m_3)}{m_2},$$

где m_1 — масса сернокислого бария, полученная при анализе испытуемого нефтепродукта, г;

m_2 — масса испытуемого нефтепродукта, г;

m_3 — масса сернокислого бария, полученная при проведении контрольного опыта, г;

32,06 — атомная масса серы;

233,42 — молекулярная масса сернокислого бария.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений.

18. Сходимость (повторяемость).

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значения, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серы, %	Сходимость (повторяемость), %
От 0,1 до 0,5	0,04
Св. 0,5 до 1,0	0,04
» 1,0 » 1,5	0,10
» 1,5 » 2,0	0,14
» 2,0 » 5,0	0,27

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Разд. VI. **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ

Рекомендуемое

1. Описание составных частей установки для определения серы сжиганием в бомбе (черт. 1)

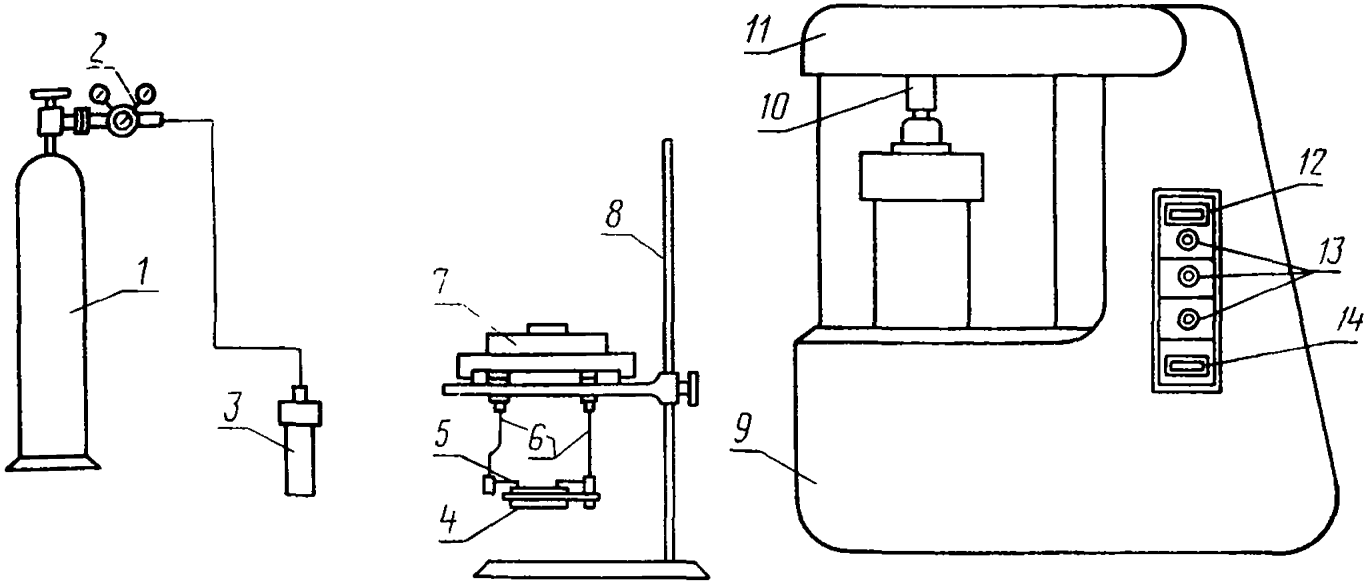
1.1. Кислородный баллон *1* с редуктором *2* и кислородоподводящие трубки, рассчитанные на давление не менее 10 МПа.

Допускается вместо редуктора применять вентиль точной регулировки вместе с манометром и предохранительным клапаном.

1.2. Устройство для сжигания массы нефтепродуктов состоит из металлического корпуса *9*, на котором размещены панель управления сжиганием и стеклянный (металлический) стакан с дистиллированной водой, служащий для определения герметичности бомбы и ее охлаждения.

На дно стакана устанавливается подставка для бомбы с токоведущим проводом и контактом (на черт. 1 не указаны).

Установка для определения серы сжиганием в бомбе



Кислородная система

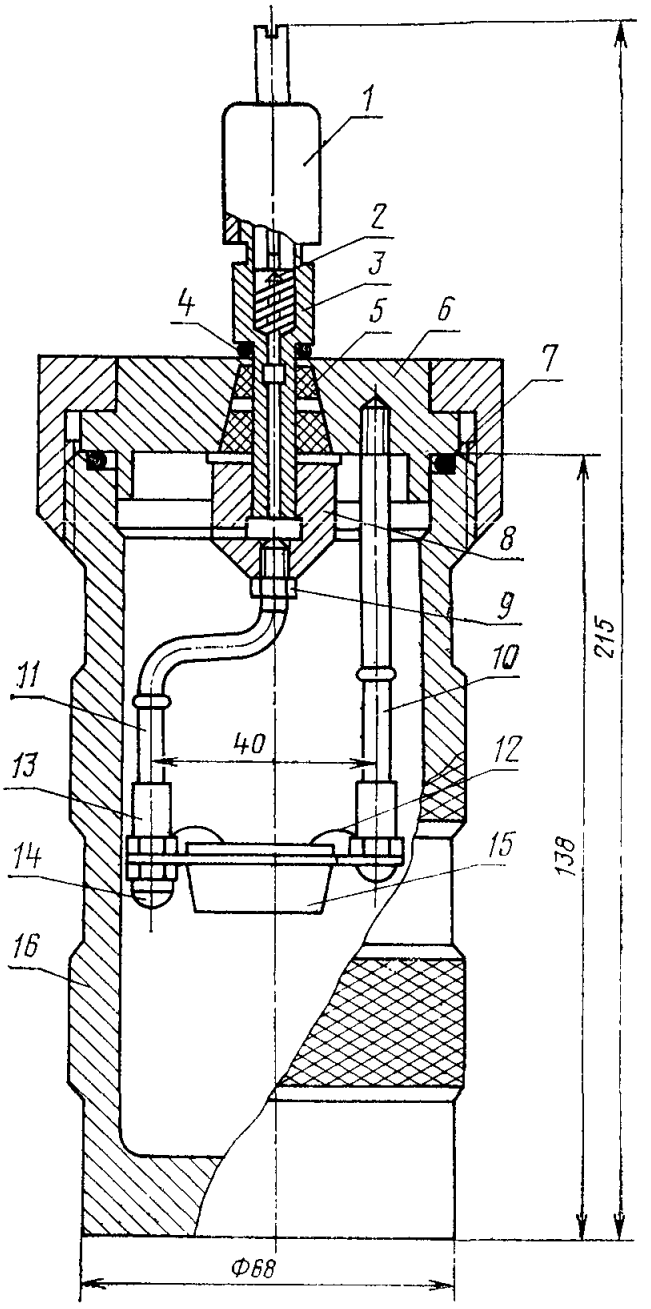
Крышка с подставкой

Защитное устройство для сжигания навески нефтепродукта в бомбе

1 — баллон с кислородом; *2* — редуктор; *3* — калориметрическая бомба; *4* — тигель; *5* — запальная проволока; *6* — держатели тигля и запальной проволоки; *7* — крышка бомбы; *8* — подставка для крышки; *9* — корпус защитного устройства; *10* — клапан для сброса продуктов сгорания; *11* — крышка; *12* — кнопка «сеть»; *13* — сигнальная лампа; *14* — кнопка «запал»

Черт. 1

Бомба калориметрическая самоуплотняющаяся



1 — колпачок для сброса продуктов сгорания; *2* — золотник; *3* — штуцер; *4* — изолятор; *5* — втулка; *6* — крышка; *7* — кольцо уплотнительное; *8* — гайка специальная; *9* — гайка; *10* — стержень; *11* — тигледержатель; *12* — запальная проволока; *13* — втулка; *14* — тигель; *15* — гайка; *16* — стакан

Черт. 2

На панели управления устройства для сжигания массы нефтепродуктов установлены:

кнопка «сеть»;

лампа «сеть»;

лампа «готовность»;

лампа «запал»;

кнопка «запал»;

Устройство для сжигания массы нефтепродуктов необходимо заземлить.

2. Описание бомбы калориметрическсой самоуплотняющейся (черт. 2).

2.1. Калориметрическая бомба состоит из металлического стакана *16*, крышки *6*, гайки *9* и уплотнительного кольца *7*. При повышении давления в бомбе уплотнительное кольцо прижимается к стакану и гайке, обеспечивая герметизацию при минимальном давлении 0,3—0,4 МПа.

С внешней стороны на крышке бомбы расположен штуцер, предназначенный для наполнения бомбы кислородом и сброса продуктов сгорания после взрыва. Он же является электродом, изолированным от бомбы и предназначенным для подведения электрического тока к запальной проволоке.

Роль второго электрода выполняет корпус бомбы.

На внутренней стороне крышки бомбы имеется два стержня-держателя *10*, на одном из которых крепится держатель тигля *11* и запальная проволока *12*.

Второй стержень служит для крепления второго конца запальной проволоки и подвода электричества в ней.

(Введено дополнительно, Изм. № 1).

СОДЕРЖАНИЕ

Общие методы испытаний

ГОСТ	14921—78	Газы углеводородные сжиженные. Методы отбора проб	3
ГОСТ	15823—70	Масла и смазки. Метод определения давления насыщенных паров	11
ГОСТ	4333—48	Масла и темные нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле	19
ГОСТ	981—75	Масла нефтяные. Метод определения стабильности против окисления	25
ГОСТ	11257—65	Масла нефтяные. Определение стабильности энергетических масел по статическому методу	34
ГОСТ	19199—73	Масла смазочные. Метод определения антикоррозионных свойств	40
ГОСТ	11851—85	Нефть. Метод определения парафина	45
ГОСТ	14203—69	Нефть и нефтепродукты. Диэлькометрический метод определения влажности	58
ГОСТ	11011—85	Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2	65
ГОСТ	2517—85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб	90
ГОСТ	1510—84	Нефть и нефтепродукты. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение	121
ГОСТ	11362—76	Нефтепродукты. Метод определения числа нейтрализации потенциометрическим титрованием	159
ГОСТ	1431—85	Нефтепродукты и присадки. Метод определения серы хроматным способом	177
ГОСТ	6370—83	Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей	184
ГОСТ	21261—75	Нефтепродукты. Метод определения удельной теплоты сгорания	190
ГОСТ	2477—65	Нефтепродукты. Метод определения содержания воды	217
ГОСТ	6307—75	Нефтепродукты. Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей	224
ГОСТ	7163—84	Нефтепродукты. Метод определения вязкости автоматическим капиллярным вискозиметром	229

ГОСТ 1461—75 Нефть и нефтепродукты. Метод определения зольности 241

ГОСТ 33—82 Нефтепродукты. Метод определения кинематической и расчет динамической вязкости 248

ГОСТ 5985—79 Нефтепродукты. Метод определения кислотности и кислотного числа 259

ГОСТ 6258—85 Нефтепродукты. Метод определения условной вязкости 267

ГОСТ 19932—74 Нефтепродукты. Метод определения коксуемости по Конрадсону 274

ГОСТ 8852—74 Нефтепродукты. Метод определения коксуемости на аппарате типа ЛКН-70 279

ГОСТ 6793—74 Нефтепродукты. Метод определения температуры каплепадения 283

ГОСТ 2177—82 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава 287

ГОСТ 2667—82 Нефтепродукты светлые. Метод определения цвета . 312

ГОСТ 20284—74 Нефтепродукты. Метод определения цвета на колориметре ЦНТ 314

ГОСТ 20287—74 Нефтепродукты. Методы определения температуры застывания 318

ГОСТ 4255—75 Нефтепродукты. Метод определения температуры плавления по Жукову 326

ГОСТ 8674—58 Нефтепродукты. Определение фракционного состава методом испарения 330

ГОСТ 8997—59 Нефтепродукты светлые. Метод определения бромных чисел (массовой доли непредельных углеводородов) электрометрическим способом 335

ГОСТ 10577—78 Нефтепродукты. Метод определения содержания механических примесей 343

ГОСТ 10364—63 Нефтепродукты темные. Определение содержания ванадия методом колориметрирования 353

ГОСТ 1437—75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения содержания серы 357

ГОСТ 3877—49 Нефтепродукты тяжелые. Метод определения содержания серы сжиганием в калориметрической бомбе . 365

ГОСТ 26378.0—84 Нефтепродукты отработанные. Общие требования к методам испытания 374

ГОСТ 26378.1—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения воды 376

ГОСТ 26378.2—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения механических примесей и загрязнений 381

ГОСТ 26378.3—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения условной вязкости 383

ГОСТ 26378.4—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения температуры вспышки в открытом тигле 386

ГОСТ 11858—66 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания асфальтово-смолистых веществ 388

ГОСТ 5211—85 Смазки пластичные. Метод определения массовой доли мыл, минерального масла и высокомолекулярных органических кислот 396

ГОСТ 6479—73 Смазки пластичные. Метод определения содержания механических примесей разложением соляной кислотой 402

ГОСТ 9127—59 Смазки пластичные. Методы определения вязкости и предела прочности пластовискозиметром 406

ГОСТ 26581—85 Смазки пластичные. Метод определения эффективной вязкости на ротационном вискозиметре 415

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Методы испытаний

Часть 1

Редактор *С. И. Бобарыкин*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *А. П. Якуничкина*

Сдано в наб. 28.10.86. Подп. в печ. 13.05.87. Формат 60×90 1/16. Бумага книжно-журнальная. Гарнитура литературная. Печать высокая. 26,5 усл. п. л. 26,75 усл. кр.-отт. 24,80 уч.-изд. л. Тираж 10000 экз. Зак. 3234. Цена 1 р. 40 к. Изд. № 9024/2.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов.
123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3

Великолукская городская типография управления издательств, полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12