

Изменение № 1 ГОСТ 3877—49 Нефтепродукты тяжелые. Метод определения содержания серы сжиганием в бомбе

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.04.83 № 1734 срок введения установлен

с 01.07.83

Под обозначением стандарта на обложке и первой странице указать обозначение: (СТ СЭВ 2874—81).

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Нефтепродукты. Метод определения содержания серы сжиганием в калориметрической бомбе.

Petroleum products. Determination of sulfur content by calorimetric bomb method».

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Вводную часть изложить в новой редакции: «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».

Раздел 1 изложить в новой редакции; чертеж исключить:

«1. Аппаратура, реактивы и материалы

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

Бомба калориметрическая вместимостью 250—500 см³, рассчитанная на давление 10,0 МПа. Внутренняя поверхность бомбы должна изготавливаться из нержавеющей стали.

Допускается применение бомбы другого типа.

Эксикатор 2 — 190, 250 по ГОСТ 6371—73.

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.

Термометр хромель-алюмель типа ТХА по ГОСТ 3044—77.

Щипцы для тиглей длиной приблизительно 350 мм.

Баня водяная.

Электрическая плитка с закрытой спиралью.

Стаканы ВН-250, 400, 600 ТС по ГОСТ 10394—72.

Воронки В56—80, В75—110 XV—1 по ГОСТ 8613—75.

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.

(Продолжение см. стр. 50)

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) по ГОСТ 10816—64, 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 433—76.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Эфир петролейный по ГОСТ 11992—66.

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

Раздел II. Наименование изложить в новой редакции: «II. Подготовка к испытанию»

Пункт 3. Заменить слова «получении» на «использовании»; исключить слова: «легким очищенным»; дополнить словами: «Перед повторным проведением анализа бомбу промывают горячей дистиллированной водой».

Пункты 4—7 изложить в новой редакции: «4. Проверяют техническое состояние частей калориметрической бомбы, не допуская заборн 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 стальную 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 накладную 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.

(Продолжение см. стр. 51)

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

Раздел VI исключить.

Стандарт дополнить приложением:

«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).

На панели управления устройства для сжигания массы нефтепродуктов установлены:

- кнопка «сеть»;
- лампа «сеть»;
- лампа «готовность»;
- лампа «запал»;
- кнопка «запал»;

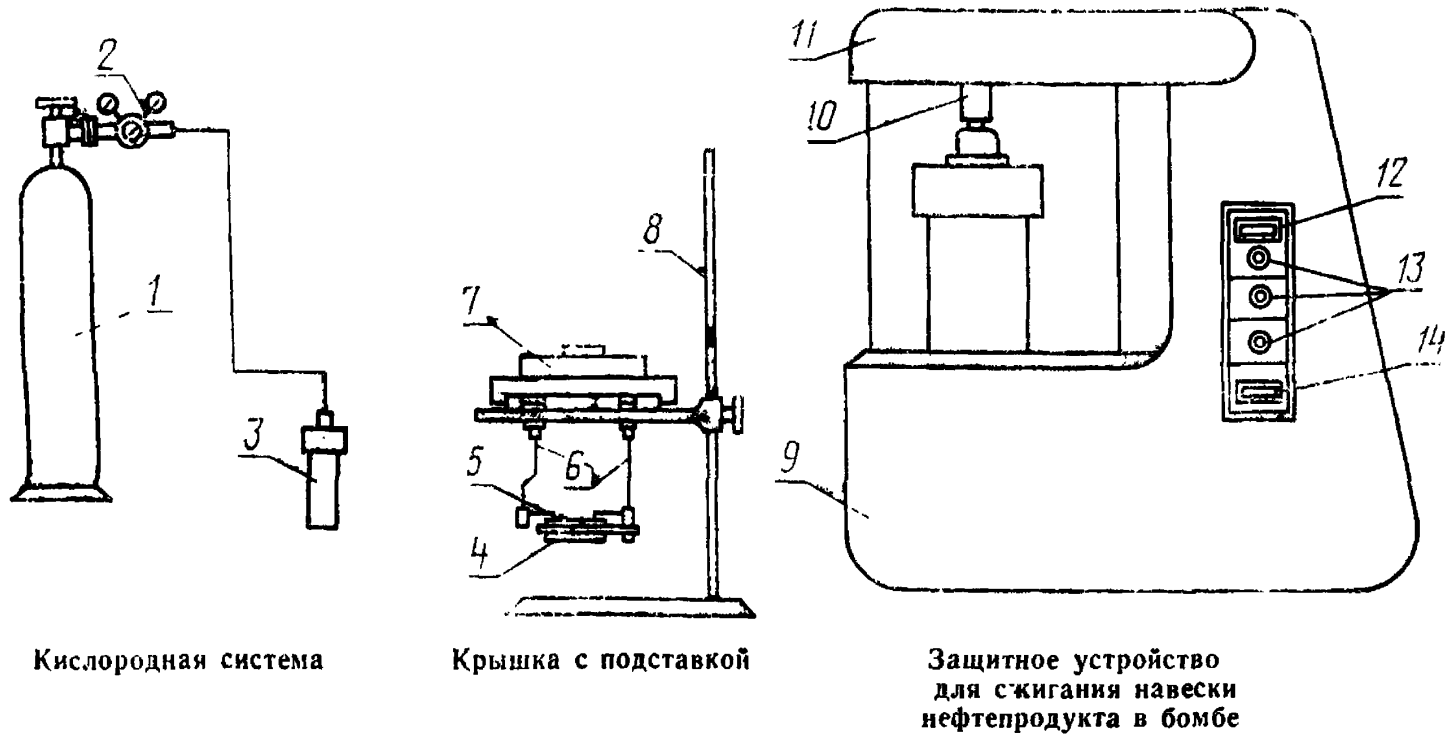
Устройство для сжигания массы нефтепродуктов необходимо заземлить.

2. Описание бомбы калориметрической 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.

(Продолжение см. стр. 53)

УСТАНОВКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ СЖИГАНИЕМ В БОМБЕ



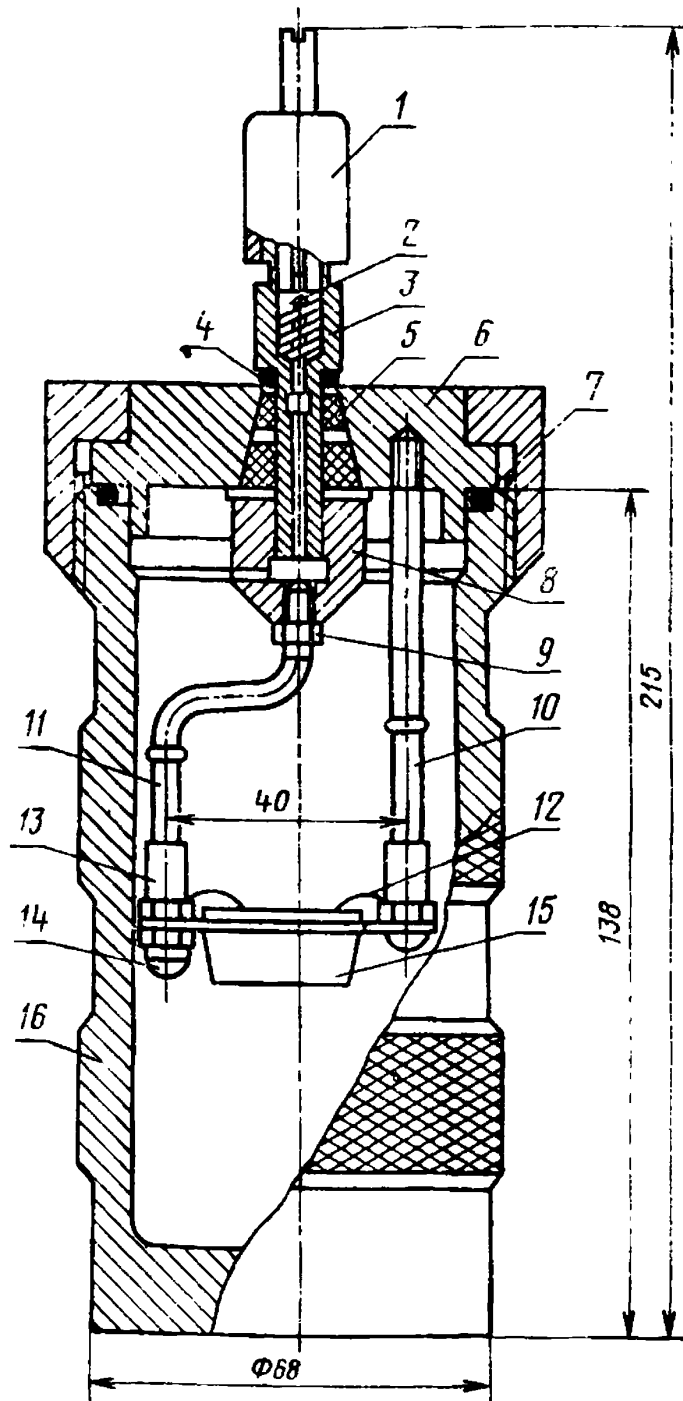
1—баллон с кислородом; 2—редуктор; 3—калориметрическая бомба; 4—тигель; 5—запальная проволока; 6—держатели тигля и запальной проволоки; 7—крышка бомбы; 8—подставка для крышки; 9—корпус защитного устройства; 10—клапан для сброса продуктов сгорания; 11—крышка; 12—кнопка «сеть»; 13—сигнальная лампа; 14—кнопка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

Черт. 1

(Продолжение см. стр. 54)

(Продолжение изменения к ГОСТ 3877—49)

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

(Продолжение см. стр. 55)

(Продолжение изменения к ГОСТ 3877—49)

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».

(ИУС № 7 1983 г.)