

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

**Потенциометрический метод
определения меркаптановой серы**



Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» (ОАО «ВНИИ НП»)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 26 марта 2003 г. № 98-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст ASTM D 3227—99 «Метод определения меркаптановой (тиоловой) серы в бензине, керосине, авиационных турбинных и дистиллятных топливах (потенциометрический метод)»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**НЕФТЕПРОДУКТЫ****Потенциометрический метод определения меркаптановой серы**

Petroleum products.
Potentiometric method for determination of mercaptan sulphur

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли меркаптановой серы от 0,0003 % до 0,01 % в бензинах, керосинах, авиационных турбинных топливах и дистиллятных топливах.

Сульфиды, дисульфиды, тиофен, а также элементарная сера массовой долей до 0,0005 % (по массе) не влияют на определение.

Сероводород должен быть удален, как указано в 9.2.

1.2 Значения в единицах системы СИ считаются стандартными. Значения в скобках приведены для сведения.

1.3 Соответствующие меры техники безопасности и охраны здоровья, связанные с применением настоящего стандарта, устанавливает пользователь стандарта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на нормативные документы, указанные в приложении В.

3 Сущность метода

3.1 Образец, не содержащий сероводород, растворяют в спиртовом растворе уксуснокислого натрия и титруют потенциометрическим методом спиртовым раствором азотнокислого серебра (см. примечание к 6.6), используя в качестве индикатора потенциал между стеклянным электродом сравнения и индикаторным электродом серебро — сульфид серебра. В этих условиях меркаптановая сера выпадает в осадок в виде меркаптида серебра и конечная точка титрования будет показана большим изменением потенциала элемента.

4 Значение и применение

4.1 Данный метод важен, так как позволяет определить содержание меркаптановой серы в нефтепродуктах, присутствие которой придает продукту неприятный запах, оказывает вредное влияние на эластомеры топливной системы и вызывает коррозию деталей топливной системы.

5 Аппаратура

5.1 Наряду с указанной в 5.2—5.5 аппаратурой можно применять любую автоматическую систему титрования, которая при использовании пары электродов, указанных в 5.3, способна обеспечить выполнение титрования, описанного в разделе 9, и выбор конечной точки, установленной в 11.1 с точностью не менее приведенной в разделе 13.

5.2 Электронный вольтметр с силой тока на входе не менее 9×10^{12} А и чувствительностью ± 2 мВ в диапазоне ± 1 В, электростатически защищенный и заземленный*.

5.3 Система электродов, состоящая из сравнительного и индикаторного электродов.

Электрод сравнения должен быть прочным стеклянным электродом карандашного типа с защитным заземленным свинцовым экраном.

Индикаторный электрод должен быть изготовлен из серебряной проволоки диаметром 2 мм (0,8 дюйма) или более, смонтированный в изолированное поддерживающее устройство. Можно применять серебряные палочные электроды.

5.4 Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,05 см³, с носиком, находящимся приблизительно на 120 мм (5 дюймов) ниже запорного крана.

5.5 Титровальный стенд, смонтированный в корпус, как неотъемлемая часть измерительного прибора, и снабженный опорами для электродов и электрической мешалки; все с заземлением.

Непостоянные изменения в показаниях измерительного прибора должны быть заметны при включении и выключении мотора мешалки.

6 Реактивы и материалы

6.1 Чистота реактивов

Используют химически чистые реактивы. Если нет других указаний, то следует применять реактивы, соответствующие требованиям Комитета по аналитическим реактивам американского химического общества, где эти спецификации имеются в наличии.

Можно использовать реактивы другой квалификации при условии, что реактив достаточно высокой чистоты и его применение не снижает точности определения.

6.1.1 Вместо растворов, приготовленных в лаборатории, можно использовать товарные растворы требуемой концентрации.

6.1.2 Могут быть приготовлены альтернативные растворы и растворители, концентрация которых выражена в эквивалентах.

6.2 Вода класса «реактив», тип I [1]

6.3 Сульфат кадмия ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), кислый раствор (150 г/дм³)

Растворяют 150 г сульфата кадмия в воде (примечание). Добавляют 10 см³ разбавленной серной кислоты (H_2SO_4) (примечание) и доводят объем раствора до 1 дм³ водой.

Примечание — Предупреждение — Раствор сульфата кадмия ядовит. Возможен смертельный исход при проглатывании и вдыхании. Известный канцероген (проверен на животных).

Раствор серной кислоты вызывает сильные ожоги. Вреден или смертельно опасен при проглатывании или вдыхании.

6.4 Йодид калия (KJ), стандартный раствор (0,1 моль/дм³)

Растворяют 17 г йодида калия, взвешенного с точностью до 0,01 г, в 100 см³ воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доливают до 1 дм³, затем точно рассчитывают молярность.

6.5 2-Пропанол

Если 2-пропанол не ингибировать, то в нем могут образоваться пероксиды под воздействием воздуха при хранении в контейнере. Когда это произойдет и 2-пропанол испарится досуха, может произойти взрыв.

Если есть подозрение на образование пероксидов, они могут быть удалены перколяцией через колонку с активированной окисью алюминия.

Примечание — Предупреждение — 2-пропанол огнеопасен, легко воспламеняется.

6.6 Нитрат серебра (AgNO_3), стандартный спиртовой раствор (0,1 моль/дм³)

* Пригоден любой прибор, дающий равную или лучшую точность.