ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Масла

Методы испытаний

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2002

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.76 : 006.354

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Нефтепродукты. Масла. Методы испытаний» содержит стандарты, утвержденные до 1 марта 2002 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанной даты.

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

© ИПК Издательство стандартов, 2002

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАСЛА СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ

Метод определения фенола и крезола

ГОСТ 1057—88

Solvent refined oils.
Method for the determination of phenol and cresol content

ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.89

Настоящий стандарт устанавливает метод определения фенола, крезола или их смеси в маслах и рафинатах, получаемых на установках селективной очистки и не содержащих присадок.

Метод основан на реакции азосочетания и заключается в обработке испытуемого продукта раствором гидроокиси калия, отделении полученного щелочного раствора фенолята или крезолята калия (или их смеси), добавлении к нему хлористого *п*-нитродиазобензола с последующим колориметрическим определением полученного окрашенного раствора. Содержание фенола, крезола или смеси фенола с крезолом, пропорциональное интенсивности окрашивания раствора, определяют по градуировочному графику.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2517.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Фотоэлектрический колориметр ФЭК-56М или ФЭК-60, или КФК, или КФК-2, или аналогичного типа.

Весы аналитические любого типа с погрешностью взвешивания не более 0,0003 г.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

Цилиндры вместимостью 100 см^3 любого исполнения по ГОСТ 1770.

Пипетки исполнения, 2, 3, 6, 7, вместимостью 5, 10, 20 см^3 по ГОСТ 29227.

Бюретки исполнения 1 или 3, вместимостью 25 и 50 см^3 по ГОСТ 29251.

Колбы 2—50—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Термометр ТЛ-4-4-Б2 по ГОСТ 28498.

Стаканы В-1—100ТС, В-1—150ТС, В-2—100ТС, В-2—150ТС по ГОСТ 25336.

Воронки ВД-1—250ХС, ВД-1—500ХС, ВД-3—250ХС, ВД-3—500ХС по ГОСТ 25336.

Склянки из темного стекла с притертой пробкой.

Секундомер.

п-Нитроанилин (азоамин красный Ж), ч. или ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 ч.д.а., раствор 1 моль/дм^3.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197 х.ч. или ч.д.а., 5 %-ный раствор.

Фенол, ч.д.а.

Трикрезол технический каменноугольный по ГОСТ 2264. Для испытаний отбирают перегонкой по ГОСТ 2706.13 фракцию трикрезола, выкипающую в пределах 195—202 °С.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.д.а., раствор 1 моль/дм^3.

Растворители: нефрасы или петролейный эфир, или прямогонная бензиновая фракция, выкипающая в пределах 40—100 °С.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
При проведении испытания допускается применять реактивы более высокой квалификации.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление раствора хлористого *п*-нитродиазобензола

(1,000±0,001) г *п*-нитроанилина растворяют в 200 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³, количественно переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают дистиллированную воду до метки и содержимое колбы тщательно перемешивают.

100 см³ приготовленного раствора доводят до (20±2) °С, затем при постоянном перемешивании стеклянной палочкой добавляют по каплям 5 см³ 5 %-ного раствора азотистокислого натрия.

Полученный раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой (устойчивость раствора 8 ч).

3.2. Приготовление эталонного раствора фенола

(1,000±0,001) г фенола растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой.

Раствор содержит 1 мг фенола в 1 см³ (устойчивость раствора 4 недели).

3.2.1. Отбирают пипеткой 10 см³ раствора, приготовленного по п. 3.2, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, наливают в нее дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Полученный эталонный раствор содержит 0,01 мг фенола в 1 см³ (устойчивость раствора 8 ч).

3.3. Приготовление эталонного раствора трикрезола (далее — крезола)

(1,000±0,001) г крезола растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой.

В 1 см³ раствора содержится 1 мг крезола (устойчивость раствора около 4 недель).

3.3.1. Пипеткой отбирают 20 см³ раствора, приготовленного по п. 3.2, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, наливают в нее дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Полученный эталонный раствор содержит 0,02 мг крезола в 1 см³ (устойчивость раствора 8 ч).

3.4. Приготовление эталонного раствора смеси фенола с крезолом

Готовят смесь фенола с крезолом в соотношении, применяемом изготовителем для очистки масел (25: 75; 30 : 70; 50 : 50 и т. п.).

3.4.1. Смесь фенола с крезолом в количестве (1,000±0,001) г растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой.

В 1 см³ раствора содержится 1 мг смеси фенола с крезолом (устойчивость раствора 4 недели).

3.4.2. Пипеткой отбирают 15 см³ раствора, приготовленного по п. 3.4.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, наливают дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Полученный эталонный раствор содержит 0,015 мг смеси фенола с крезолом в 1 см³ (устойчивость раствора 8 ч).

3.5. Приготовление эталонных окрашенных растворов

В 11 мерных колб вместимостью 50 см³ наливают из бюретки поочередно эталонный раствор фенола или крезола или их смеси в количестве, указанном в табл. 1. Из другой бюретки в эти же колбы наливают дистиллированную воду в количестве, указанном в табл. 1. Затем в каждую колбу приливают при помощи пипетки по 5 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³ и содержимое колбы тщательно перемешивают.

Таблица 1

Номер растворов	Объем эталонного раствора фенола, крезола или смеси фенола с крезолом, см³	Объем дистиллированной воды, см3	Масса, мг, в растворе		
			фенола	крезола	фенола с крезолом
1	0,0	20,0	0,000	0,000	0,0000
2	1,0	19,0	0,010	0,020	0,0150
3	1,5	18,5	0,015	0,030	0,0225
4	2,0	18,0	0,020	0,040	0,0300
5	3,0	17,0	0,030	0,060	0,0450
6	4,0	16,0	0,040	0,080	0,0600
7	6,0	14,0	0,060	0,012	0,0900
8	8,0	12,0	0,080	0,016	0,1200
9	10,0	10,0	0,100	0,200	0,1500
10	15,0	5,0	0,150	0,300	0,2250
11	20,0	0,00	0,200	0,400	0,3000

3.5.1. Пипеткой отбирают 10 см³ раствора хлористого *п*-нитродиазобензола, приготовленного по п. 3.1, переносят его в первую колбу, одновременно включают секундомер и перемешивают содержимое колбы.

Через 30 с в колбу приливают из пипетки 10 см³ раствора гидроокиси калия 1 моль/дм³. В колбу добавляют дистиллированную воду до метки, закрывают ее притертой пробкой и содержимое тщательно перемешивают.

3.5.2. Остальные 10 эталонных окрашенных растворов готовят в соответствии с п. 3.5.1.

3.6. Колориметрирование эталонных окрашенных растворов

Эталонные окрашенные растворы колориметрируют в соответствии с инструкцией, приложенной к фотоэлектрическому колориметру.

Измеряют оптическую плотность эталонных растворов 2—11 (см. табл. 1) по отношению к сравнительному раствору 1, применяя кюветы с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при синем или зеленом светофильтре (для колориметра ФЭК М) или со светофильтром, позволяющим работать в области 450—460 нм.

3.7. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят на миллиметровой бумаге: измеренные по п. 3.6 значения оптических плотностей откладывают по оси ординат, а соответствующие им количества фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в колориметрированном растворе в миллиграммах — по оси абсцисс.

3.7.1. Градуировочный график проверяют один раз в 2 месяца по отдельным производным точкам; для этого готовят несколько эталонных растворов из числа указанных в табл. 1.

При ремонте фотоэлектрического колориметра градуировочный график строят снова.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. В стакане взвешивают испытуемый продукт в количестве, указанном в табл. 2.

Таблица 2

Предполагаемая массовая концентрация селективного растворителя в испытуемом продукте, мг/дм³	Растворитель, принятый для очистки	Масса, г	Точность взвешивания, г
Не более 40	Фенол	25±1	0,01
	Крезол	50±1	0,01
	Смесь фенола с крезолом	40±1	0,01
41—200	Фенол	2,5±0,1	0,001
	Крезол	5,0±0,1	0,001
	Смесь фенола с крезолом	4,0±0,1	0,001

4.2. Для растворения испытуемого продукта берут 100 см³ растворителя и количественно переносят продукт в делительную воронку, перемешивают до полного растворения продукта и приливают в воронку 50 см³ раствора гидроокиси калия. Раствор перемешивают в течение 5 мин.

Одновременно проводят контрольный опыт, перемешивая в делительной воронке в течение 5 мин 100 см³ растворителя и 50 см³ раствора гидроокиси калия 1 моль/дм³.

4.3. Содержимому обеих воронок дают отстояться до четкого расслоения. После этого нижние щелочные слои из воронок сливают через бумажные фильтры в стаканы или колбы.

При образовании эмульсии и медленного выделения из смеси щелочного раствора можно не ждать полного его выделения, а брать из воронки только часть нижнего слоя, необходимую для проведения дальнейшего испытания.

4.4. Пипеткой отбирают из стаканов или колб по 10 см³ щелочного раствора и переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³. Затем в каждую колбу приливают по 15 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³ и тщательно перемешивают.

4.5. Пипеткой отбирают 10 см³ раствора хлористого *n*-нитродиазобензола, приготовленного по п. 3.1, и переносят его в колбу с испытуемым раствором, одновременно включают секундомер и перемешивают содержимое колбы. Через 30 с в колбу из пипетки приливают 10 см³ раствора гидроокиси калия 1 моль/дм³. В колбу добавляют дистиллированную воду до метки, закрывают ее притертой пробкой и тщательно перемешивают. Затем проводят контрольный опыт.

4.6. Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору, как указано в п. 3.6.

Если оптическая плотность испытуемого раствора оказалась больше 1,0 или она не находится в пределах градуировочного графика, следует анализ повторить, взяв соответственно большее или меньшее количество испытуемого продукта, в соответствии с указанным в табл. 2.

5. ОБРАБОТКА РЕУЛЬТАТОВ

5.1. По полученной оптической плотности испытуемого раствора находят по градуировочному графику содержание фенола, крезола или их смеси в колориметрированном растворе в миллиграммах.

5.2. Массовую концентрацию фенола, крезола или их смеси в испытуемом продукте (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 5 \cdot \rho}{m \cdot 0{,}001} = \frac{5000 \cdot m_1 \cdot \rho}{m},$$

где m_1 — масса фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в колориметрическом растворе, найденная по градуировочному графику, мг;

5 — отношение общего объема щелочного раствора к объему, взятому для приготовления окрашенного раствора;

ρ — плотность испытуемого продукта, определяемая по ГОСТ 3900, г/см³;

m — масса испытуемого продукта, г;

0,001 — коэффициент для перевода см³ в дм³.

5.3. Массовую долю фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в испытуемом продукте (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 0{,}001 \cdot 5 \cdot 100}{m} = \frac{0{,}5 \cdot m_1}{m},$$

где m_1 — масса фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в колориметрическом растворе, найденная по градуировочному графику, мг;

0,001 — коэффициент для пересчета мг в г;

5 — отношение общего объема щелочного раствора к объему, взятому для приготовления окрашенного раствора;

m — масса испытуемого продукта, г.

5.4. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений содержания фенола, крезола или их смеси.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА ИСПЫТАНИЯ

6.1. Сходимость (для масел)

Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 1 мг/дм^3.

6.2. Воспроизводимость (для масел)

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 10 мг/дм^3.

6.3. Расхождения между последовательными определениями при испытании рафинатов не должны превышать 5 % от большего значения.

6.4. Массовую концентрацию в испытуемом масле фенола, крезола или их смеси менее 20 мг/дм^3 считают отсутствием.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.88 № 2514

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1057—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 2264—75	2.1
ГОСТ 2517—85	1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3900—85	5.2
ГОСТ 4197—74	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 12026—76	2.1
ГОСТ 24363—80	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 28498—90	2.1
ГОСТ 29227—91	2.1
ГОСТ 29251—91	2.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru