МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 5275— 2017

НЕФТЕПРОДУКТЫ И УГЛЕВОДОРОДНЫЕ РАСТВОРИТЕЛИ

Определение тиолов и других серосодержащих веществ. Докторская проба

(ISO 5275:2003, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2017 г. № 101-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2017 г. № 1310-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 5275—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 5275:2003 «Нефтепродукты и углеводородные растворители. Определение тиолов и других серосодержащих веществ. Докторская проба» («Petroleum products and hydrocarbon solvents — Detection of thiols and other sulfur species — Doctor test», IDT).

Стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

В Российской Федерации 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ И УГЛЕВОДОРОДНЫЕ РАСТВОРИТЕЛИ

Определение тиолов и других серосодержащих веществ. Докторская проба

Petroleum products and hydrocarbon solvents. Detection of thiols and other sulfur species. Doctor test

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает качественный метод (докторская проба) определения тиолов (меркаптанов), сероводорода и элементарной серы в углеводородных растворителях и нефтяных дистиллятах, используемых в качестве сырья и конечной продукции. Предварительный анализ также позволяет определить присутствие пероксидов и фенольных соединений, которые делают невозможным использование настоящего стандарта в тех случаях, когда их содержание более следовых количеств. Дисульфиды углеводородов при относительно высоком содержании (более 0,4 % масс.) также служат препятствием для проведения испытания, так как они вызывают потемнение водного слоя.

Примечания

1 Для настоящего стандарта единицу измерения «% масс.» используют для измерения массовой доли вещества.

2 **Предупреждение** — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, процедур и оборудования. Настоящий стандарт не ставит целью рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности, охраны здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед применением настоящего стандарта.

Испытание может проходить успешно или неуспешно при пороговом значении концентрации тиола, которая зависит от исследуемого вещества. Метод часто используют взамен метода количественного определения содержания тиола.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 1995:1981, Aromatic hydrocarbons — Sampling (Ароматические углеводороды. Отбор проб)

ISO 3170:2004, Petroleum liquids — Manual sampling (Нефтяные жидкости. Ручной отбор проб)

ISO 3171:1988, Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling (Нефтяные жидкости. Автоматический отбор проб из трубопроводов)

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для применения в аналитической лаборатории. Технические требования и методы контроля)

3 Сущность метода

Испытуемую порцию встряхивают с плюмбитом натрия и наблюдают за смесью. В зависимости от внешнего вида смеси делают вывод о наличии или отсутствии тиолов, сероводорода, элементарной серы или пероксидов. Присутствие тиолов может быть обнаружено добавлением после встряхивания сублимированной серы и наблюдением за внешним видом конечной смеси.

Издание официальное

4 Реактивы и материалы

4.1 Общие положения

Если нет других указаний, реактивы, указанные в 4.2—4.11, должны соответствовать квалификации ч. д. а, вода должна соответствовать требованиям класса 3 по ISO 3696.

4.2 Тригидрат ацетата свинца $[(CH_3COO)_2Pb \cdot 3H_2O]$ кристаллический.

4.3 Гидроксид натрия (NaOH) гранулированный.

4.4 Раствор плюмбита натрия (докторский)

Растворяют 25 г тригидрата ацетата свинца (4.2) в 200 см^3 воды, фильтруют и добавляют раствор 60 г гидроксида натрия (4.3) в 100 см^3 воды. Нагревают смесь на кипящей водяной бане в течение (30 ± 5) мин, охлаждают и доводят до 1000 см^3 водой.

4.5 Хлорид кадмия ($CdCl_2$) (см. 4.7, примечание).

4.6 Соляная кислота (HCl) концентрации приблизительно 36 % масс. (11 моль/дм^3).

4.7 Раствор хлорида кадмия

Растворяют 100 г хлорида кадмия (4.5) в воде, добавляют 10 см^3 соляной кислоты (4.6) и доводят водой до 1000 см^3.

Примечание 3 — **Предупреждение** — Хлорид кадмия токсичен. Его отходы могут быть токсичными для окружающей среды.

В установившейся практике при анализе используют раствор гидрокарбоната натрия ($NaHCO_3$) в воде концентрации 50 г/дм^3, но так как сульфид натрия бесцветен, то для подтверждения удаления сероводорода (см. 7.3) требуется свинцовая бумага.

4.8 Сублимированная сера («серный цвет»), сухая

Хранят в закрытой емкости.

4.9 Раствор йодида калия (KI)

Используют только свежеприготовленный (готовят ежедневно) раствор йодида калия в воде концентрации 100 г/дм^3.

4.10 Раствор уксусной кислоты (CH_3COOH)

Используют только свежеприготовленный (готовят ежедневно) раствор ледяной уксусной кислоты в воде концентрации 100 г/дм^3.

4.11 Раствор крахмала

Используют только свежеприготовленный (готовят ежедневно) раствор крахмала в воде концентрации 5 г/дм^3.

5 Аппаратура

5.1 Цилиндры для смешивания стеклянные, снабженные пробками, вместимостью 50 см^3.

5.2 Цилиндры измерительные стеклянные вместимостью 5 и 10 см^3.

5.3 Воронка делительная стеклянная, снабженная пробкой, вместимостью 50 см^3.

6 Отбор проб

6.1 Если нет других указаний, отбор проб проводят в соответствии с процедурами, изложенными в ISO 1995, ISO 3170 или ISO 3171, в зависимости от типа исследуемого вещества и источника отбора проб.

6.2 Смешивают лабораторные пробы путем тщательного встряхивания перед отбором испытуемого образца. Соблюдают аккуратность, чтобы избежать увеличения давления паров в контейнере, если давление паров образца более 30 кПа при температуре в лаборатории. По мере необходимости давление сбрасывают.

7 Проведение испытания

7.1 Предварительное испытание

7.1.1 Определение фенольных соединений

Если предполагают, что испытуемый образец содержит фенольные соединения, которые являются ингибиторами окисления и могут влиять на оценку результатов испытания (окраска водного слоя), 10 см^3 испытуемого образца и 5 см^3 10 %-ного по массе водного раствора гидроксида натрия (4.3) интенсивно встряхивают в течение 15 с в цилиндре для смешивания (5.1). Наблюдают за интенсивностью окраски, и используют это наблюдение при оценке результатов, полученных по 7.1.2. Если окраска интенсивная, то испытание по данному методу должно быть прекращено.

Примечание 4 — Любую окраску, которая ярче бледно-желтой, считают интенсивной. Если получен желтый цвет, то заключение по последнему положению в таблице 1 может быть изменено в зависимости от интенсивности окраски.

7.1.2 Соединения серы и пероксиды

Помещают порцию испытуемого образца, равную 10 см^3, и 5 см^3 раствора плюмбита натрия (4.4) в цилиндр для смешивания (5.1) и интенсивно встряхивают в течение 15 с. Наблюдают за внешним видом смеси и продолжают процедуру в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Наблюдения, полученные при предварительном испытании

Наблюдение	Заключение	Продолжение испытания в соответствии с подразделом
Быстро образуется черный осадок	Присутствует сероводород	7.3
Медленно образуется коричневый осадок	Возможно присутствуют пероксиды	7.2
Во время встряхивания раствор становится опаловым, затем темнеет	Присутствуют тиолы (меркаптаны) и/или элементарная сера	7.4
Не наблюдается изменений или образуется желтый цвет	Могут присутствовать тиолы	7.4

7.2 Пероксиды

Помещают порцию испытуемого образца 10 см^3 в цилиндр для смешивания (5.1) и добавляют 2 см^3 раствора йодида калия (4.9), несколько капель раствора уксусной кислоты (4.10) и несколько капель раствора крахмала (4.11). Интенсивно встряхивают в течение 15 с и наблюдают за водным слоем после осаждения. Голубой цвет водного слоя подтверждает наличие пероксидов в количестве, достаточном, чтобы признать испытание недействительным.

7.3 Сероводород

Если при проведении процедуры в соответствии с 7.1.2 образуется черный осадок, помещают свежую порцию испытуемого образца объемом 20 см^3 в делительную воронку (5.3), добавляют 1 см^3 раствора хлорида кадмия (4.7) и интенсивно встряхивают в течение 15 с. Позволяют осесть слоям, затем декантируют 10 см^3 неводного слоя в цилиндр для смешивания и повторяют процедуру в соответствии с 7.1.2. Если после первого промывания черный осадок не образуется, то продолжают процедуру в соответствии с 7.4 на промытой испытуемой порции с раствором плюмбита натрия. Если черный осадок еще образуется, то извлекают водный слой из делительной воронки, добавляют 0,5 см^3 свежего раствора хлорида кадмия и повторяют промывание и испытание. При использовании гидрокарбоната натрия необходимо обращаться к 4.7. Образование черного осадка после двух промываний нежелательно, но если оно имеет место, то должна быть получена промытая порция испытуемого образца без сероводорода объемом, который после промывания обеспечит испытуемую порцию (равную 10 см^3), достаточную для испытания в соответствии с 7.1.2, а затем в соответствии с 7.4.

7.4 Тиолы

К смеси испытуемой порции с плюмбитом натрия, полученной как указано в 7.1.2 или 7.3, добавляют небольшое количество сублимированной серы (4.8), позволяющее только покрыть поверхность между слоями жидкостей в цилиндре. Смесь интенсивно встряхивают в течение 15 с и дают осесть в течение

(60 ± 5) с. Содержимое цилиндра рассматривают на наличие коричневого или черного осадка. Если осадок образуется, это свидетельствует о наличии тиолов в концентрации, превышающей предельную концентрацию для настоящего стандарта.

8 Оформление результатов

8.1 Если испытание должно быть завершено из-за влияния веществ, определяемых по 7.1, его результат записывают следующим образом: «Испытание недействительно — присутствуют вещества, мешающие оценке результатов испытания».

8.2 Если присутствуют пероксиды, определяемые по 7.2, записывают результат: «Испытание недействительно — присутствуют пероксиды».

8.3 Если во время встряхивания с раствором плюмбита натрия быстро образуется черный осадок, как указано в 7.1.2, записывают результат: «Докторская проба положительная — присутствует сероводород». Если после удаления сероводорода образуется черный или коричневый осадок после добавления серы, как указано в 7.4, записывают результат: «Докторская проба положительная — присутствуют сероводород и тиолы».

8.4 Если во время встряхивания, как указано в 7.1.2, раствор становится опаловым и затем темнеет, записывают результат: «Докторская проба положительная — присутствуют тиолы и/или элементарная сера».

8.5 Если опаловая окраска появляется во время интенсивного встряхивания с раствором плюмбита натрия, а после добавления серы образуется черный или коричневый осадок, как указано в 7.4, записывают результат: «Докторская проба положительная — присутствуют тиолы».

8.6 Если после встряхивания, как указано в 7.1.2, не происходит никаких изменений или появляется только бледно-желтый цвет и не образуется осадка после добавления серы, как указано в 7.4, записывают результат: «Докторская проба отрицательная».

9 Прецизионность метода

Так как настоящий метод устанавливает только присутствие или отсутствие активных соединений серы выше пороговых значений, которые зависят от индивидуального состава испытуемых веществ, нет значений величин, с использованием которых можно установить прецизионность.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- обозначение настоящего стандарта;
- вид и полную идентификацию испытуемого образца;
- результат испытания (раздел 8);
- любое отклонение от приведенной процедуры, если не оговорено иное;
- дату проведения испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 1995:1981	—	*
ISO 3170:2004	—	*
ISO 3171:1988	—	*
ISO 3696:1987	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Официальный перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

УДК 665.771:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, углеводородные растворители, определение тиолов, серосодержащих веществ, докторская проба

БЗ 11—2017/40

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 04.10.2017. Подписано в печать 12.10.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28. Тираж 24 экз. Зак. 1955.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru