МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
1057—
2014**

МАСЛА СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ

Метод определения фенола и крезола

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН 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»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 491-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 1057—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 1057—88

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

© Стандартинформ, 2015

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

МАСЛА СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ

Метод определения фенола и крезола

Solvent-extracted oils. Method for determination of phenol and cresol

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2264—75 Трикрезол каменноугольный технический. Технические условия

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2706.13—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Метод определения температурных пределов перегонки

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3900—85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Сущность метода

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.

4 Назначение и применение

Присутствие в маслах сравнительно легко окисляющихся фенола или крезола способствует ускоренному старению масел и образованию в них смолистых веществ. Настоящий метод позволяет определять содержание этих селективных растворителей в маслах и рафинатах до добавления присадок для обеспечения контролируемых условий хранения товарных масел.

5 Реактивы и материалы

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

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

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

5.4 Фенол, ч. д. а.

5.5 Трикрезол технический каменноугольный по ГОСТ 2264. Для испытаний отбирают перегонкой по ГОСТ 2706.13 фракцию трикрезола, выкипающую при температуре от 195 °С до 202 °С.

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

5.7 Растворители: нефрасы, или петролейный эфир, или прямогонная бензиновая фракция, выкипающая при температуре от 40 °С до 100 °С.

5.8 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.9 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечание — Допускается использовать реактивы по другой документации качеством не ниже предусмотренного настоящим стандартом.

6 Аппаратура

6.1 Фотоэлектрический колориметр или спектрофотометр, позволяющий проводить измерения оптической плотности в заданном диапазоне длин волн и обеспечивающий точностные характеристики в соответствии с установленными в настоящем методе испытаний условиями.

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

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

6.4 Цилиндры вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

6.5 Пипетки исполнения 1 и 2 вместимостью 5, 10, 25 см^3 по ГОСТ 29227.

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

6.7 Колбы 2–50–2 и 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

6.8 Термометр лабораторный с диапазоном измерения от 0 °С до 55 °С, ценой деления 0,1 °С и пределом допускаемой погрешности ±0,2 °С.

6.9 Стаканы В–1–100ТС, В–1–150ТС, В–2–100ТС, В–2–150ТС по ГОСТ 25336.

6.10 Воронки ВД–1–250ХС, ВД–1–500ХС, ВД–3–250ХС, ВД–3–500ХС по ГОСТ 25336.

6.11 Склянки из темного стекла с притертой пробкой.

6.12 Секундомер.

7 Подготовка к проведению испытания

7.1 Приготовление раствора хлористого *п*-нитродиазобензола

7.1.1 Растворяют (1,000 ± 0,001) г *п*-нитроанилина в 200 см^3 раствора соляной кислоты 1 моль/дм^3, количественно переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают содержимое колбы.

7.1.2 Доводят 100 см^3 приготовленного раствора до температуры (20 ± 2) °С, затем при постоянном перемешивании стеклянной палочкой добавляют по каплям 5 см^3 5 %-ного раствора азотистокислого натрия. Полученный раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой (раствор устойчив в течение 8 ч).

7.2 Приготовление контрольного раствора фенола

7.2.1 Растворяют (1,000 ± 0,001) г фенола в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки дистиллированную воду, тщательно перемешивают и переносят полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой. Раствор содержит 1 мг фенола в 1 см^3 (раствор устойчив в течение 1 мес).

7.2.2 Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора, приготовленного по 7.2.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают. В 1 см^3 полученного контрольного раствора содержится 0,01 мг фенола (раствор устойчив в течение 8 ч).

7.3 Приготовление контрольного раствора трикрезола

7.3.1 Растворяют (1,000 ± 0,001) г контрольного раствора трикрезола (далее — крезола) в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки дистиллированную воду, тщательно перемешивают и переносят полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой. В 1 см^3 такого раствора содержится 1 мг крезола (раствор устойчив примерно 1 мес).

7.3.2 Отбирают пипеткой 20 см^3 раствора, приготовленного по 7.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают. В 1 см^3 контрольного раствора содержится 0,02 мг крезола (раствор устойчив в течение 8 ч).

7.4 Приготовление контрольного раствора смеси фенола с крезолом

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

7.4.2 Растворяют (1,000 ± 0,001) г смеси фенола с крезолом в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки дистиллированную воду, тщательно перемешивают и переносят полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой. В 1 см^3 раствора содержится 1 мг смеси фенола с крезолом (раствор устойчив в течение 1 мес).

7.4.3 Отбирают пипеткой 15 см^3 раствора, приготовленного по 7.4.2, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, наливают до метки дистиллированную воду и тщательно перемешивают. В 1 см^3 полученного контрольного раствора содержится 0,015 мг смеси фенола с крезолом (раствор устойчив в течение 8 ч).

7.5 Приготовление контрольных окрашенных растворов

7.5.1 В мерную колбу вместимостью 50 см^3 добавляют из бюретки контрольный раствор фенола в соответствии с таблицей 1. Из другой бюретки в эту же колбу добавляют дистиллированную воду в соответствии с таблицей 1. Затем в колбу добавляют пипеткой 5 см^3 раствора соляной кислоты 1 моль/дм^3 и тщательно перемешивают содержимое колбы.

Таблица 1 — Объемы контрольных растворов для построения градуировочного графика и массы фенола, крезола и их смеси в этих растворах

Номер растворов	Объем эталонного раствора фенола, крезола или смеси фенола с крезолом, см^3	Объем дистиллированной воды, см^3	Масса в растворе, мг		
			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	0,120	0,0900
8	8,0	12,0	0,080	0,160	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	0,0	0,200	0,400	0,3000

7.5.2 Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора хлористого *п*-нитродиазобензола, приготовленного по 7.1, переносят его в колбу, одновременно включают секундомер и перемешивают содержимое колбы.

7.5.3 Через 30 с добавляют в колбу из пипетки 10 см^3 раствора гидроокиси калия 1 моль/дм^3. Затем добавляют в колбу до метки дистиллированную воду, закрывают колбу притертой пробкой и тщательно перемешивают.

7.5.4 Остальные 10 контрольных окрашенных растворов готовят по 7.5.1—7.5.3.

7.5.5 Аналогично готовят контрольные окрашенные растворы крезола и смеси фенола и крезола.

7.6 Колориметрирование контрольных окрашенных растворов

Колориметрируют контрольные окрашенные растворы в соответствии с инструкцией на прибор. Измеряют оптическую плотность контрольных растворов со 2-го по 11-й (см. таблицу 1) по отношению к раствору 1 (см. таблицу 1), используя кюветы с расстоянием между рабочими гранями 10 мм при длине волны 450—460 нм.

7.7 Построение градуировочного графика

7.7.1 Строят градуировочный график на миллиметровой бумаге: измеренные по 7.6 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.

7.7.2 Градуировочный график проверяют один раз в 2 мес по отдельным производным точкам; для этого готовят несколько контрольных растворов из указанных в таблице 1. После ремонта фотоэлектрического колориметра градуировочный график строят заново.

8 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2517 или по ГОСТ 31873.

9 Проведение испытания

9.1 Образец для испытания взвешивают в стакане в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 — Масса образца для испытания

Предполагаемая массовая концентрация селективного растворителя в образце, мг/дм^3	Растворитель, используемый для очистки	Масса, г	Точность взвешивания, г
От 20 до 40 вкл.	Фенол	25 ± 1	0,01
	Крезол	50 ± 1	0,01
	Смесь фенола с крезолом	40 ± 1	0,01
От 40 до 200 вкл.	Фенол	2,5 ± 0,1	0,001
	Крезол	5,0 ± 0,1	0,001
	Смесь фенола с крезолом	4,0 ± 0,1	0,001

9.2 Добавляют к образцу 100 см^3 растворителя и количественно переносят в делительную воронку, перемешивают до полного растворения и приливают в воронку 50 см^3 раствора гидроокиси калия. Перемешивают полученный раствор 5 мин. Одновременно проводят контрольный опыт, перемешивая в делительной воронке в течение 5 мин 100 см^3 растворителя и 50 см^3 раствора гидроокиси калия 1 моль/дм^3.

9.3 Выдерживают содержимое воронок до полного расслоения. Затем пропускают нижние щелочные слои из воронок через бумажные фильтры в стаканы или колбы. При образовании эмульсии и медленного выделения из смеси щелочного раствора, не дожидаясь полного его выделения, отбирают из воронки только часть нижнего слоя, необходимую для проведения дальнейшего испытания.

9.4 Отбирают пипеткой из стаканов или колб по 10 см^3 щелочного раствора и переносят в мерные колбы вместимостью 50 см^3. Затем в каждую колбу добавляют по 15 см^3 раствора соляной кислоты 1 моль/дм^3 и тщательно перемешивают.

9.5 Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора хлористого *п*-нитродиазобензола, приготовленного по 7.1, и переносят его в колбу с испытуемым раствором, одновременно включают секундомер и перемешивают содержимое колбы. Через 30 с в колбу добавляют из пипетки 10 см^3 раствора гидроокиси калия 1 моль/дм^3, затем доводят объем дистиллированной водой до метки, закрывают колбу притертой пробкой и тщательно перемешивают. По окончании проводят контрольный опыт.

9.6 Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору по 7.6. Если оптическая плотность испытуемого раствора превышает 1,0 или выходит за пределы градуировочного графика, испытание повторяют с большей или меньшей массой образца в соответствии с таблицей 2.

10 Обработка результатов

10.1 Используя полученное значение оптической плотности испытуемого раствора, определяют по градуировочному графику содержание фенола, крезола или их смеси в колориметрируемом растворе, мг.

10.2 Массовую концентрацию фенола, крезола или их смеси в испытуемом продукте X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 5 \cdot \rho}{m \cdot 0{,}001} = \frac{5000 \cdot m_1 \cdot \rho}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в колориметрируемом растворе, полученная 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/см^3;

m — масса образца, г;

0,001 — коэффициент для перевода кубических сантиметров в кубические дециметры.

10.3 Массовую долю фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в испытуемом продукте X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 0{,}001 \cdot 5 \cdot 100}{m} = \frac{0{,}5 \cdot m_1}{m}, \quad (2)$$

где 0,001 — коэффициент для перевода миллиграммов в граммы.

10.4 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух последовательных определений содержания фенола, крезола или их смеси.

10.5 За отсутствие в испытуемом масле фенола, крезола или их смеси принимают содержание не более 20 мг/дм^3.

11 Прецизионность метода испытания

11.1 Повторяемость r (для масел)

Расхождение между двумя последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном материале испытаний при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превышать следующее значение только в одном случае из 20:

$$r = 1 \text{ мг/дм}^3.$$

11.2 Воспроизводимость R (для масел)

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными различными операторами в разных лабораториях на фактически идентичном материале испытаний при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превышать следующее значение только в одном случае из 20:

$$R = 10 \text{ мг/дм}^3.$$

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

УДК 665.761:543.635.62:547.562.1+547.563.1:006.354 МКС 75.100

Ключевые слова: масла селективной очистки, определение содержания фенола, крезола

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 15.07.2015. Подписано в печать 19.08.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 40 экз. Зак. 2839.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru