ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК



НЕФТЕПРОДУКТЫ МАСЛА СМАЗКИ ПРИСАДКИ

ЧАСТЬ 3

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ
МАСЛА, СМАЗКИ, ПРИСАДКИ

Часть 3

Издание официальное

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1987

УДК 665.521.001.4 (083.7)

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник „Нефтепродукты. Масла, смазки, присадки" часть III содержит стандарты, утвержденные до 1 декабря 1986 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак*.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе „Государственные стандарты СССР".

$\text{Н}\ \frac{3081}{085\,(02)\ -\ 87} - 87$

© Издательство стандартов, 1987

Группа Б29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА СЕЛЕКТИВНОЙ ОЧИСТКИ

Метод определения содержания фенола и крезола

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

ГОСТ 1057—67*

Взамен ГОСТ 1057—59

ОКСТУ 0253

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 2 января 1967 г. Срок введения установлен с 01.07.67

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 14.07.83 № 3234 срок действия продлен до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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

Метод заключается в обработке испытуемого масла раствором едкого кали, в отделении полученного щелочного раствора фенолята или крезолята калия (или их смеси) и добавлений к нему хлористого паранитродиазобензола.

Полученный окрашенный раствор колориметрируют. Содержание фенола, крезола или смеси фенола с крезолом, пропорциональное интенсивности окрашивания раствора, определяют по градуировочному графику.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на масла селективной очистки, рафинаты и экстракты.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения содержания фенола и крезола применяют:

фотоэлектрический колориметр ФЭК-М или ФЭК-56М, или ФЭК-60, или другой аналогичный фотоэлектроколориметр;

колбы 2–50–2 и 2–1000–2 по ГОСТ 1770–74;

Цилиндры 1–100; 2–100; 3–100; 4–100 по ГОСТ 1770–74;

бюретки и пипетки по ГОСТ 20292–74;

бюретки 1–2–25–0,05; 1–2–25–0,1; 1–2–50–0,1; 3–2–25–0,05; 3–2–25–0,1; 3–2–50–0,1;

пипетки 2–1–5; 3–1–5; 2–1–10; 3–1–10; 2–1–20; 3–1–20; 6–1–5; 6–1– 10; 7–1–5; 7–1–10;

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

*Переиздание с Изменением № 1, утвержденным в июле 1983 г. (ИУС 10–83).

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336–82;

стаканы В-1–100 ТС, В-1–150 ТС, В-2–100 ТС, В-2–150 ТС;

воронки ВД-1–250ХС, ВД-1–500ХС, ВД-3–250ХС, ВД-3–500 ХС

склянки из оранжевого стекла с притертой пробкой;

секундомер по ГОСТ 5072–79;

паранитроанилин (азоаминкрасный Ж) чистый;

кислота соляная по ГОСТ 3118–77, х. ч. или ч. д. а., 1 моль/дм^3 (1н) раствор;

натрий азотнокислый по ГОСТ 4197–74, х. ч. или ч. д. а., 5%-ный раствор;

фенол по ГОСТ 6417–72;

трикрезол технический каменноугольный по ГОСТ 2264–75; для анализа отбирают перегонкой (ГОСТ 2706.13–74, разд. 3) фракцию трикрезола, выкипающую в пределах 195–202°С;

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 24363–80, х. ч. или ч. д. а., 1 моль/дм^3 (1н) раствор;

бензин легкий прямой перегонки или пестролейный эфир;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72;

бумага фильтровальная.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление раствора хлористого паранитродиазобензола

2.1.1. Паранитроанилин в количестве (1±0,001) г растворяют в 200 см^3 1 моль/дм^3 (1 н) раствора соляной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают дистиллированную воду до метки и содержимое колбы тщательно перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.2. К 100 см^3 раствора, приготовленного по п. 2.1.1 и имеющего температуру (20±2)°С, добавляют по каплям 5 см^3 5%-ного раствора азотистокислого натрия при помешивании стеклянной палочкой.

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

2.2. Приготовление эталонного раствора фенола

2.2.1. Фенол в количестве (1±0,001) г растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из оранжевого стекла с притертой пробкой.

Раствор содержит 1 мг фенола в 1 см^3 (устойчивость раствора около четырех недель).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора, приготовленного по п. 2.2.1, и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, наливают в нее дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Полученный эталонный раствор содержит 0,01 мг фенола в 1 см^3 (устойчивость раствора 8 ч).

2.3. Приготовление эталонного раствора крезола

2.3.1. Трикрезол в количестве (1±0,001) г растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из оранжевого стекла с притертой пробкой.

В 1 см^3 раствора содержится 1 мг крезола (устойчивость раствора около четырех недель).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. Пипеткой отбирают 20 см^3 раствора, приготовленного по п. 2.3.1, и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, наливают в нее дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Полученный эталонный раствор содержит 0,02 мг крезола в 1 см^3 (устойчивость раствора 8 ч).

2.4. Приготовление эталонного раствора смеси фенола с крезолом

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

2.4.2. Смесь фенола с крезолом в количестве (1±0,001) г растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из оранжевого стекла с притертой пробкой.

В 1 см^3 раствора содержится 1 мг смеси фенола с крезолом (устойчивость раствора около четырех недель).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.3. Пипеткой отбирают 15 см^3 раствора, приготовленного по п. 2.4.2, и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, наливают в нее дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Полученный эталонный раствор содержит 0,015 мг смеси фенола с крезолом в 1 см^3 (устойчивость раствора 8 ч).

2.5. Приготовление эталонных окрашенных растворов

2.5.1. В 11 мерных колб вместимостью 50 см^3 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 $см^3$ 1 моль/$дм^3$ (1 н) раствора соляной кислоты и содержимое колбы тщательно перемешивают.

Таблица 1

Номера растворов	Эталонный раствор фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в $см^3$	Дистиллированная вода в $см^3$	Содержание (мг) в растворе		
			фенола	крезола	фенола с крезолом
1	0	20	0,000	0,00	0,0000
2	1	19	0,010	0,02	0,0150
3	1,5	18,5	0,015	0,03	0,0225
4	2	18	0,020	0,04	0,0300
5	3	17	0,030	0,06	0,0450
6	4	16	0,040	0,08	0,0600
7	6	14	0,060	0,012	0,0900
8	8	12	0,080	0,016	0,1200
9	10	10	0,100	0,20	0,1500
10	15	5	0,150	0,30	0,2250
11	20	0	0,200	0,40	0,3000

2.5.2. Пипетки отбирают 10 $см^3$ раствора хлористого паранитродиазобензола, приготовленного по п. 2.1, и выливают его в первую колбу, одновременно включая секундомер, и перемешивают содержимое колбы. Точно через 30 с после выливания хлористого паранитродиазобензола в колбу приливают из пипетки 10 $см^3$ 1 моль/$дм^3$ (1н) раствора едкого кали. В колбу добавляют дистиллированную воду до метки, закрывают ее притертой пробкой и содержимое тщательно перемешивают.

2.5.3. Затем готовят, как указано в п. 2.5.2, остальные 10 эталонных окрашенных растворов.

2.6. Колориметрирование эталонных окрашенных растворов

2.6.1. Колориметрирование эталонных окрашенных растворов производят в соответствии с инструкцией, приложенной к фотоэлектрическому колориметру ФЭК-М.

Измеряют оптическую плотность эталонных растворов №№ 2–11 (см. табл. 1) по отношению к сравнительному раствору № 1, применяя кюветы расстоянием между рабочими гранями 10 мм при синем или зеленом светофильтре.

2.7. Построение градуировочного графика

2.7.1. Градуировочный график строят на миллиметровой бумаге в системе координат.

Полученные оптические плотности эталонных растворов по шкале колориметра откладывают по оси ординат, а соответствующие им количества фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в колориметрированном растворе в миллиграммах – по оси абсцисс.

2.7.2. Градуировочный график проверяют один раз в два месяца по отдельным точкам, для этого готовят несколько эталонных растворов из числа указанных в табл. 1.

В случае ремонта фотоэлектрического колориметра градуировочный график строят снова.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В стеклянном стакане взвешивают масло в количестве и с погрешностью, указанными в табл. 2.

Таблица 2

Предполагаемое содержание селективного растворителя в испытуемом масле в мг/дм^3	Продукт, принятый для очистки масла	Масса испытуемого масла в г	Погрешность взвешивания в г
2–40	Фенол	25	±0,01
	Крезол	50	±0,01
	Смесь фенола с крезолом	40	±0,01
41–200	Фенол	2,5	±0,001
	Крезол	5,0	±0,001
	Смесь фенола с крезолом	4,0	±0,001

3.2. Для растворения масла берут 100 см^3 легкого бензина или петролейного эфира и с помощью этого растворителя количественно переносят масло в делительную воронку, перемешивают содержимое воронки до полного растворения массы и приливают в воронку 50 см^3 1 моль/дм^3 (1 н) раствора едкого кали. Содержимое воронки встряхивают в течение 5 мин.

Одновременно проводят контрольный опыт, встряхивая в делительной воронке в течение 5 мин 100 см^3 легкого бензина или петролейного эфира и 50 см^3 1 моль/дм^3 (1н) раствора едкого кали.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

В случае образования эмульсии и медленного выделения из смеси щелочного раствора, можно не дожидаться полного его выделения, а брать из воронки только часть нижнего слоя, необходимую для проведения дальнейшего испытания.

3.4. Пипеткой отбирают из стаканов или колб по 10 $см^3$ щелочного раствора и переносят в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$. Затем в каждую колбу приливают при помощи пипетки по 15 $см^3$ 1 моль/$дм^3$ (1 н) раствора соляной кислоты и тщательно перемешивают.

3.5. Пипеткой отбирают 10 $см^3$ раствора хлористого паранитродиазобензола, приготовленного по п. 2.1, и выливают его в колбу с испытуемым раствором, одновременно включая секундомер, и перемешивают содержимое колбы. Точно через 30 с после выливания хлористого паранитродиазобензола в колбу из пипетки приливают 10 $см^3$ 1 моль/$дм^3$ (1 н) раствора едкого кали. В колбу добавляют дистиллированную воду до метки, закрывают ее притертой пробкой и содержимое колбы тщательно перемешивают.

Затем обрабатывают, как указано выше, контрольный раствор в другой колбе.

3.6. Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору, как указано в п. 2.6.1.

В случае, если оптическая плотность испытуемого раствора оказалась больше 1,0 или она не находится в пределах градуировочного графика, следует анализ повторить, взяв соответственно большую или меньшую навеску испытуемого масла.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

4.2. Содержание фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в испытуемом масле (X_1) в мг/$дм^3$ вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{g \cdot 5 \cdot \rho}{m \cdot 0{,}001} = \frac{5000 \cdot g \cdot \rho}{m},$$

где g – содержание фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в колориметрированном растворе, найденное по градуировочному графику, в мг;

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

ρ – плотность испытуемого масла при температуре взятия навески в г/$см^3$;

m – масса испытуемого масла в г;

0,001 – коэффициент для перевода $см^3$ в $дм^3$.

4.3. Содержание фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в испытуемом масле (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{g \cdot 0{,}001 \cdot 5 \cdot 100}{m} = \frac{0{,}5 \cdot g}{m},$$

где g – содержание фенола, крезола или смеси фенола с крезолом в колориметрированном растворе, найденное по градуировочному графику, в 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 масла в г.

4.4. За результат определения содержания фенола, крезола или их смеси принимают среднее арифметическое не менее чем двух параллельных определений.

4.5. Сходимость (повторяемость).

Два результата последовательных определений, полученные одним лаборантом на одних и тех же приборах и пробе продукта, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 1 мг/дм^3.

4.6. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в разных лабораториях на одной и той же пробе продукта в одинаковых условиях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 10 мг/дм^3.

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

4.5.–4.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

СОДЕРЖАНИЕ

МАСЛА

ГОСТ 19678–74	Масла вакуумные. Метод определения упругости паров и температуры кипения	3
ГОСТ 19686–74	Масла вакуумные. Метод оценки качества по предельному остаточному давлению	9
ГОСТ 20354–74	Масла для авиационных газотурбинных двигателей. Метод определения испаряемости в чашечках	15
ГОСТ 23797–79	Масла для авиационных газотурбинных двигателей. Метод определения термоокислительной стабильности в объеме масла	20
ГОСТ 18136–72	Масла. Метод определения стабильности против окисления в универсальном аппарате	28
ГОСТ 20684–75	Масла моторные отработанные. Метод определения нерастворимых осадков	39
ГОСТ 20302–74	Масла моторные. Метод определения коррозионной активности на двигателе ЯАЗ-204	42
ГОСТ 13300–67	Масла моторные. Метод определения коррозионных свойств и окисляемости на установке ПЗЗ	54
ГОСТ 21490–76	Масла моторные. Метод определения моющих свойств на установке УИМ-6-НАТИ	63
ГОСТ 20457–75	Масла моторные. Метод оценки антиокислительных свойств на установке ИКМ	80
ГОСТ 20991–75	Масла моторные. Метод оценки склонности масел к образованию высокотемпературных отложений	91
ГОСТ 20994–75	Масла моторные. Метод оценки склонности масел к образованию низкотемпературных отложений	107
ГОСТ 20303–74	Масла моторные. Метод оценки моющих свойств на установке ИМ-1	124
ГОСТ 11063–77	Масла моторные с присадками. Метод определения стабильности по индукционному периоду осадкообразования	144
ГОСТ 24943–81	Масла моторные. Фотометрический метод оценки загрязненности работавших масел	149
ГОСТ 1547–84	Масла и смазки. Методы определения наличия воды	153
ГОСТ 7822–75	Масла нефтяные. Метод определения растворенной воды	156
ГОСТ 15886–70	Масла нефтяные. Метод определения смол	166
ГОСТ 12068–66	Масла нефтяные. Метод определения времени деэмульсации	170
ГОСТ 17362–71	Масла нефтяные. Метод определения числа омыления	176

ГОСТ 19296–73	Масла нефтяные. Фотоэлектроколориметрический метод определения натровой пробы	182
ГОСТ 1520–84	Масла селективной очистки. Метод определения наличия фурфурола	187
ГОСТ 1057–67	Масла селективной очистки. Метод определения содержания фенола и крезола	189
ГОСТ 12275–66	Масла смазочные и присадки. Метод определения степени чистоты	196
ГОСТ 10306–75	Масла смазочные. Метод определения потерь от испарения в динамических условиях	201
ГОСТ 9490–75	Материалы смазочные жидкие и пластичные. Метод определения смазывающих свойств на четырехшариковой машине	211
ГОСТ 1929–51	Масла смазочные. Методы определения вязкости при низкой температуре	221
ГОСТ 2478–74	Масла смазочные отработанные. Метод определения содержания горючего в автомобильных и авиационных маслах	238
ГОСТ 6350–56	Масла смазочные селективной очистки. Метод качественного определения содержания нитробензола	242
ГОСТ 23175–78	Масла смазочные. Метод оценки моторных свойств и определения термоокислительной стабильности	245
ГОСТ 10734–64	Масла смазочные с присадками. Метод определения потенциала	254
ГОСТ 2917–76	Масла и присадки. Метод определения коррозионного воздействия на металлы	264

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Масла, смазки, присадки

Часть 3

Редактор *Т. П. Шашина*

Технический редактор *В. Н. Малькова*

Корректоры *А. Г. Старостин, В. С. Черная*

Сдано в наб. 02.12.86 Подп. к печ. 12.03.87 Ф-т изд. 60×90 1/16
Бумага типографская № 3 Гарнитура PR Печать офсетная 17,0 усл. п. л.
17,25 усл. кр.-отт. 15,95 уч.-изд. л. Тираж 20000 экз. Зак. 1554 Цена 80 коп.
Изд. № 9011/2

Ордена „Знак Почета" Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3

gost.e-ecolog.ru

Типография Прейскурантиздата. 125438, Москва, Пакгаузное шоссе, 1