

# НЕФТЕПРОДУКТЫ

Масла

Методы испытаний

Издание официальное

Москва  
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
2002

#### 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».

## 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 *n*-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<sup>3</sup> любого исполнения по ГОСТ 1770.

Пипетки исполнения 2, 3, 6, 7, вместимостью 5, 10, 20 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227.

Бюретки исполнения 1 или 3, вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup> 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.

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

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

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<sup>3</sup>.

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 *n*-нитродиазобензола

(1,000±0,001) г *n*-нитроанилина растворяют в 200 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup>, количественно переносят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают дистиллированную воду до метки и содержимое колбы тщательно перемешивают.

100 см<sup>3</sup> приготовленного раствора доводят до (20±2) °С, затем при постоянном перемешивании стеклянной палочкой добавляют по каплям 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> (устойчивость раствора 4 недели).

3.2.1. Отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 3.2, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, наливают в нее дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

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

#### 3.3. Приготовление эталонного раствора трикрезола (далее — крезоло)

(1,000±0,001) г крезоло растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой.

В 1 см<sup>3</sup> раствора содержится 1 мг крезоло (устойчивость раствора около 4 недель).

3.3.1. Пипеткой отбирают 20 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 3.2, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, наливают в нее дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

Полученный эталонный раствор содержит 0,02 мг крезоло в 1 см<sup>3</sup> (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 см<sup>3</sup>, добавляют дистиллированную воду до метки, тщательно перемешивают и переливают полученный раствор в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой.

В 1 см<sup>3</sup> раствора содержится 1 мг смеси фенола с крезолом (устойчивость раствора 4 недели).

3.4.2. Пипеткой отбирают 15 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по п. 3.4.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, наливают дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают.

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

#### 3.5. Приготовление эталонных окрашенных растворов

В 11 мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> наливают из бюретки поочередно эталонный раствор фенола или крезоло 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<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> и содержимое колбы тщательно перемешивают.

Таблица 1

| Номер растворов | Объем эталонного раствора фенола, крезол или смеси фенола с крезолом, см <sup>3</sup> | Объем дистиллированной воды, см <sup>3</sup> | Масса, мг, в растворе |        |                   |
|-----------------|---------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------|--------|-------------------|
|                 |                                                                                       |                                              | фенола                | крезол | 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                                                                                  | 0,00                                         | 0,200                 | 0,400  | 0,3000            |

3.5.1. Пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого *n*-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 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия 1 моль/дм<sup>3</sup>. 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, крезол 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/дм <sup>3</sup> | 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 см<sup>3</sup> растворителя и количественно переносят продукт в делительную воронку, перемешивают до полного растворения продукта и приливают в воронку 50 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия. Раствор перемешивают в течение 5 мин.

Одновременно проводят контрольный опыт, перемешивая в делительной воронке в течение 5 мин 100 см<sup>3</sup> растворителя и 50 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия 1 моль/дм<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> щелочного раствора и переносят в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Затем в каждую колбу приливают по 15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают.

4.5. Пипеткой отбирают 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия 1 моль/дм<sup>3</sup>. 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 РЕЗУЛЬТАТОВ

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

5.2. Массовую концентрацию фенола, крезоло или их смеси в испытуемом продукте ( $X$ ) в мг/дм<sup>3</sup> 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, крезоло 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;

$\rho$  — плотность испытуемого продукта, определяемая по ГОСТ 3900, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса испытуемого продукта, г;

0,001 — коэффициент для перевода см<sup>3</sup> в дм<sup>3</sup>.

5.3. Массовую долю фенола, крезоло 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, крезоло 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, крезоло 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<sup>3</sup>.

### 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> 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