

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 665.7.035.7:543.42.062

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦВЕТНОСТИ ВАЗЕЛИНОВОГО МАСЛА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХРОМ-КОБАЛЬТОВОЙ ШКАЛЫ ЦВЕТНОСТИ

**О.П. Петрова¹, Е.А. Бровина¹, И.С. Ребецкая¹, Т.И. Самсонова¹,
А.В. Соколов², П.М. Пахомов²**

¹Научно исследовательский институт синтетического волокна с экспериментальным заводом (АО «ВНИИСВ»), г. Тверь

²Тверской государственной университет, г. Тверь

Представлены результаты исследований по разработке методики определения цветности вазелинового масла в процессе его окисления спектрофотометрическим методом. Оценена возможность применения для этой цели хром-кобальтовой шкалы цветности.

Ключевые слова: *масло вазелиновое, шкала цветности, спектрофотометрический метод.*

DOI: 10.26456/vtchem1

Вазелиновое масло, используемое в технике в качестве растворителя, в процессе эксплуатации приобретает темную окраску. Изменение цвета масла происходит за счет появления в его массе продуктов, имеющих хромофорные группы, образующиеся в результате протекания реакций окисления. Присутствие продуктов окисления негативно сказывается на свойствах получаемой при его использовании продукции. Таким образом, цвет масла является одной из его качественных характеристик, позволяющей определять ресурс работоспособности масла в процессе эксплуатации.

Существует достаточно большое число методик определения цвета различных объектов: воды, нефтепродуктов, синтетических смол [1–8]. При этом используются как специализированные инструменты определения цвета [1–5], так и широко известные [6–8]. Практически все предлагаемые методы определения цвета основаны на использовании цветовых шкал.

Настоящая работа посвящена изучению возможности применения стандартной хром-кобальтовой шкалы для определения цвета вазелинового масла спектрофотометрическим методом.

Образцы и методы исследования. Исследования проводили с использованием следующего оборудования: спектрофотометр UNICO, кюветы с длиной оптического пути 10 мм и 50 мм по ГОСТ 20903-75, весы лабораторные специального класса точности: дискретность – 0,0001г, с наибольшим пределом взвешивания не менее 200 г по ГОСТ Р 53228-2008. В работе применялись: калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220-75, кобальт серноокислый по ГОСТ 4432-75, серная кислота по ГОСТ 4204-77, дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72, ГСО хром-кобальтовой шкалы цветность 500, хлороформ по ГОСТ 20015-88, масло вазелиновое по ГОСТ 3164-78, экспериментальные образцы вазелинового масла. В исследованиях использовали 7 образцов вазелинового масла. Образцы масла были взяты с технологической установки по получению высокопрочных волокон из СВМПЭ методом гель-формования и отличались своей окраской (от бесцветной до коричневой), зависящей от продолжительности термической обработки масла в технологическом процессе.

Шкала цветности позволяет определять цвет окрашенного раствора методом сравнения окраски раствора, приготовленного из химических реагентов, и окраски рабочего раствора. Для этого готовят растворы различной цветности в рамках выбранного граничного значения и измеряют оптическую плотность растворов. Для исследования возможности определения цвета вазелинового масла по отношению к шкале цветности была выбрана хром-кобальтовая шкала, как более доступная. Хром-кобальтовая шкала готовилась в соответствии с методикой [8].

Приготовление основного раствора цветности (раствор 1)

В небольшом количестве дистиллированной воды растворяют точную навеску двуххромовокислого калия массой $(0,0875 \pm 0,0002)$ г. Отдельно в небольшом количестве дистиллированной воды растворяют точную навеску серноокислого кобальта массой $(2,0000 \pm 0,0002)$ г. Оба раствора переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и прибавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки. Цветность данного раствора составляет 500 градусов.

Приготовление раствора серной кислоты (раствор 2)

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой на 1 см³ помещают точный объем 1 см³ концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы перемешивают.

Приготовление градуировочных растворов шкалы цветности

В мерные колбы вместимостью 100 см³ градуированными пипетками помещают раствор 1 и раствор 2 в соответствии со шкалой цветности табл.1.

Таблица 1

Шкала цветности

Раствор 1, см ³	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	100
Раствор 2, см ³	95	90	85	80	75	70	65	60	55	40	0
Градусы цветности	25	50	75	100	125	150	175	200	225	250	500

Результаты и их обсуждение. Для изучения возможностей метода были проведены исследования по влиянию длины волны и длины оптического пути на результаты измерения цвета в пределах градуировочной шкалы цветности. Исследования проводили в кюветках с длиной оптического пути (L) 10 и 50 мм при длинах волн (ν) 364, 400 и 440 нм. В качестве раствора сравнения использовали раствор 2. Градуировочные зависимости при указанных условиях приведены на рис. 1, 2.

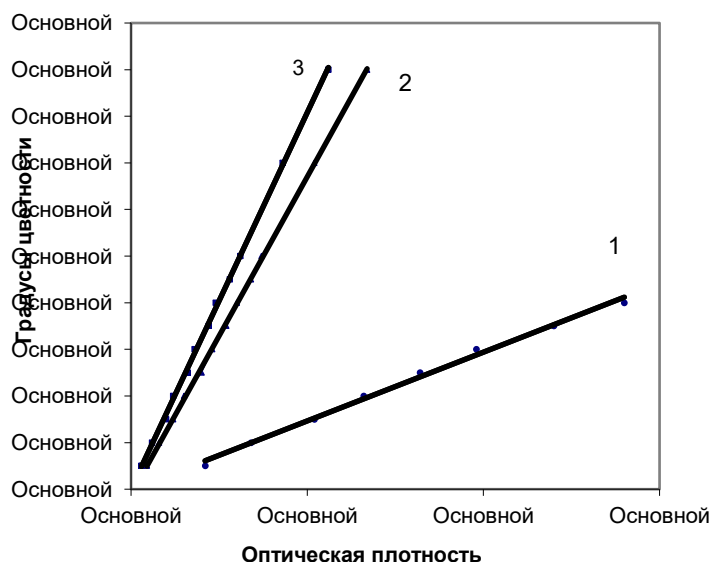


Рис.1. Градуировочные графики определения цветности в хром-кобальтовой шкале, длина оптического пути 50 мм: 1 – длина волны 364 нм; 2 – длина волны 400 нм; 3 – длина волны 440 нм

Градуировочные зависимости имеют линейный характер, уравнения регрессии для соответствующих графиков представлены ниже:

$$1 - Z = 147,4D - 0,5 \quad R^2 = 0,9948$$

$$2 - Z = 682,5D - 6,2 \quad R^2 = 0,9986$$

$$3 - Z = 809,9D - 0,2 \quad R^2 = 0,9975$$

$$4 - Z = 678,6D + 7,3 \quad R^2 = 0,9985$$

где Z – цветность масла в градусах цветности по хром-кобальтовой шкале, D – оптическая плотность масла.

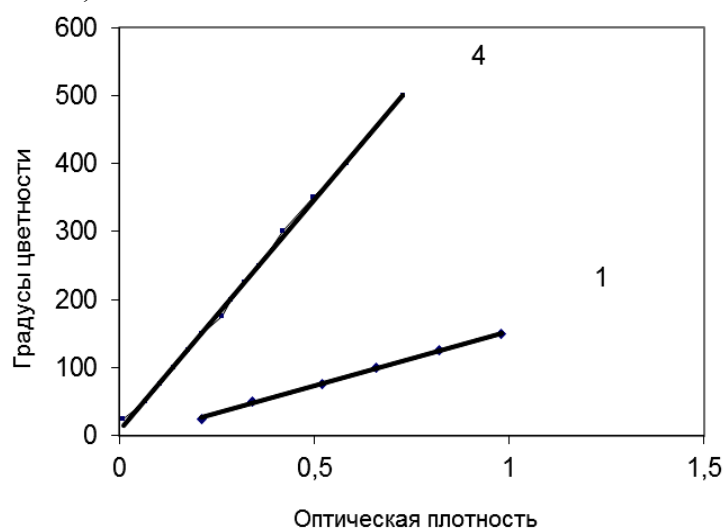


Рис. 2. Градуировочные графики для определения цветности в хром-кобальтовой шкале, длина волны – 364 нм: 1 – $L = 50$ мм; 4 – $L = 10$ мм

В пределах выбранной цветовой шкалы наиболее приемлемыми условиями можно считать длину волны 364 нм и длину оптического пути 10мм. Цветность масла до 500⁰ цветности в хром-кобальтовой шкале характерна для слабо окисленных светлых масел, более окисленные, темные масла имеют цветность, значительно превышающую эту величину. Для измерения цветности таких масел был исследован способ разбавления масла. Метод разбавления позволяет снизить концентрацию веществ, определяющих цвет, уменьшить интенсивность окраски масла и применить для работы стандартную шкалу. Такой прием используется, например, в количественной аналитической химии при измерениях цветности воды инструментальными методами [7;8], при определении загрязнений в нефтепродуктах [9]. Оптическая плотность раствора при этом снижается кратно числу разбавления.

Влияние разбавления на результат анализа исследовали, проводя определения цветности темного образца масла по градуировочному графику 4 (рис. 2), после разбавления масла хлороформом. Результаты эксперимента приведены в табл. 2.

Таблица 2

Сравнительные данные по цветности образца коричневого вазелинового масла (в градусах цветности) при разных кратностях разбавления (значение D среднее из трех определений)

Образец, №	Кратность разбавления, i	Оптическая плотность, D	Цветность масла, Z
6	10	0,412	2803
	15	0,274	2796
	20	0,207	2816
	25	0,164	2790
	30	0,134	2735

Оптическую плотность разбавленных растворов масла измеряли на фоне хлороформа. Цветность рассчитывали по уравнению регрессии 4 с учетом кратности разбавления. $Z = i678,6D + 7,3$, где i – кратность разбавления. Наблюдается достаточно хорошая сходимость между результатами, полученными при разбавлениях масла в 10 – 30 раз, что позволяет использовать этот прием при определении цветности темных масел.

По результатам исследований разработана спектрофотометрическая методика определения цветности вазелинового масла в хром-кобальтовой шкале цветности. Диапазон измерения от 25 до 4000 градусов цветности. Если масло имеет цветность выше 500 градусов цветности, то его определение производят после предварительного разбавления пробы хлороформом. Расчет метрологических характеристик проводили в соответствии с РМГ 61-2003 [10]. Погрешность измерения составляет $\pm 4\%$. По разработанной методике были проанализированы образцы вазелинового масла с разным цветовым оттенком: бесцветное (исходное), желтые и коричневые масла (табл. 3).

Таблица 3

Сравнительные данные по цветности разных образцов масел (в градусах цветности) (значение D среднее из трех определений)

Образец, №	Кратность разбавления, i	Оптическая плотность, D	Цветность масла, Z	Визуальный цвет масла
1	-	0,095	72	бесцветный
2	-	0,269	190	бесцветный
3	-	0,432	300	светло-желтый
4	-	0,692	477	светло-желтый
5	10	0,388	1833	желтый
6	10	0,412	2803	коричневый
7	20	0,426	3789	коричневый

Выводы. Проведена оценка возможности количественного определения цветности вазелинового масла в процессе его эксплуатации спектрофотометрическим методом с использованием хром-кобальтовой шкалы. Разработана методика и предложены условия подготовки образцов масла к анализу и проведения анализа.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки Российской Федерации в рамках выполнения государственных работ в сфере научной деятельности (проект № 4.5508.2017/БЧ).

Список литературы

1. ГОСТ 20284-74 – Нефтепродукты. Метод определения цвета на колориметре ЦНТ.
2. ГОСТ 2667-82. Нефтепродукты светлые. Метод определения цвета.
3. ГОСТ 25337 – 82. Парафины нефтяные. Метод определения цвета на колориметре КНС-2.
4. ГОСТ 28582-90 (ИСО 2049-72) - Нефтепродукты. Метод определения цвета.
5. ГОСТ 33092-2014 – Нефтепродукты. Определение цвета автоматическим трехцветным спектрофотометром.
6. ГОСТ 18522-93 – Смолы и пластификаторы жидкие. Методы определения цветности.
7. ГОСТ Р 52769 – 2007 – Вода. Методы определения цветности.
8. ПНД Ф 14.1:2:4.207-04 Методика выполнения цветности питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом.
9. ГОСТ 24943-81. Масла моторные. Фотометрический метод оценки загрязненности работавших масел.
10. РМГ 61-2003 «ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки»

**A SPECTROPHOTOMETRIC METHOD FOR DETERMINING
VASELINE OIL COLOR WITH THE USE OF CHROME-COBALT
SCALE COLOR**

**O.P. Petrova¹, E.A. Browina¹, I.S. Rebetskaja¹, T.I. Samsonova¹, A.V.
Sokolov²,
P.M. Pakhomov²**

¹Scientific research Institute for synthetic fiber with an experimental factory
JSC, Tver

²Tver State University

The research results on the development of a method for determining the color of Vaseline oil during oxidation by spectrophotometric method are presented. The applicability of the chrome-cobalt chromaticity scale is estimated for this purpose.

Key words: *Vaseline oil, chromaticity scale, spectrophotometric method*

Об авторах:

ПЕТРОВА Ольга Петровна – старший научный сотрудник АО
«ВНИИСВ», e-mail: ic1@vniisv.ru

БРОВИНА Екатерина Алексеевна – ведущий научный сотрудник АО
«ВНИИСВ», e-mail: ic1@vniisv.ru

РЕБЕЦКАЯ Ирина Сергеевна – старший научный сотрудник АО
«ВНИИСВ», e-mail: ic1@vniisv.ru

САМСОНОВА Татьяна Ивановна – кандидат химических наук, доцент,
руководитель испытательного центра АО «ВНИИСВ», e-mail:
ic@vniisv.ru

СОКОЛОВ Александр Викторович – аспирант 1-го года обучения
кафедры физической химии ТвГУ, e-mail: cokolav@mail.ru

ПАХОМОВ Павел Михайлович – доктор химических наук, профессор,
заведующий кафедрой физической химии ТвГУ, e-mail:
pavel.pakhomov@mail.ru