ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПАРАФИНЫ НЕФТЯНЫЕ ЖИДКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПРИМЕСЕЙ И РАСЧЕТ СОДЕРЖАНИЯ *Н*-АЛКАНОВ

ГОСТ 25559—82

Издание официальное

БИБЛИОТЕКА

БЗ 1—96

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.41.001.4:006.254 Группа Б49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПАРАФИНЫ НЕФТЯНЫЕ ЖИДКИЕ

Метод определения содержания примесей и расчет содержания *н*-алканов

ГОСТ 25559—82

Liquid petroleum paraffins. Method for determination of impurities content and calculation of *n*-alkanes content

ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания примесей газовой хроматографией и расчет содержания *н*-алканов при массовой доле их 90,0—99,5 % в жидких нефтяных парафинах, выкипающих при температуре 170—360 °С, включая узкие фракции жидких парафинов C_{10}—C_{13} и C_{14}—C_{19}, вырабатываемых на промышленных предприятиях.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОТБОР ПРОБ

Пробу жидкого парафина отбирают по ГОСТ 2517 из резервуара после отстоя не менее 2 ч и фильтруют через фильтровальную бумагу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

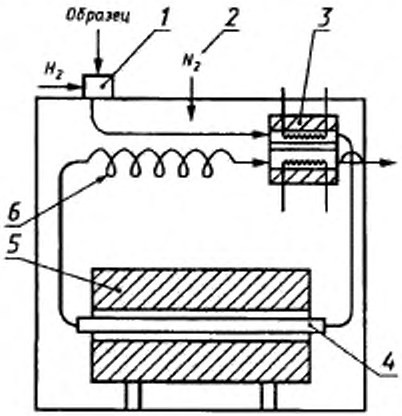
Хроматограф газовый ЛХМ-8МД модели 1 или 3. Допускается применять хроматографы других моделей, переоборудованные для присоединения приставки КТХ-1, позволяющей поддерживать температуру газохроматографической колонки до 450 °С и использовать в качестве газа-носителя водород при условии получения результатов в соответствии с точностью метода.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1983
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

Приставка к хроматографу КТХ-1 состоит из следующих основных частей: колонка, нагреватель (печь), трубка задержки газа-носителя (помещены в термостат хроматографа), черт. 1, блок терморегулирования, милливольтметр, блок защиты и управления.

Термостат хроматографа с приставкой КТХ-1



1 — испаритель; *2* — подача инертного газа в термостат; *3* — газохроматографический детектор по теплопроводности; *4* — колонка с цеолитом; *5* — нагреватель; *6* — трубка задержки газа-носителя

Черт. 1

Цеолиты CaA (цеолит типа 5AZ) свежие (нерегенерированные), используемые на установках адсорбционного выделения парафинов в стационарном слое цеолитов, размер частиц 0,25—0,5 мм.

Аттестованные стандартные образцы ГСО состава жидких парафинов № 4439—4442 с известным содержанием *н*-алканов (для повторных выпусков к номеру ГСО добавляют букву П и год изготовления). В отдельных случаях допускается применять стандартные образцы предприятия (СОП), разработанные с помощью указанных ГСО и утвержденные головной метрологической организацией министерства (ведомства). Контроль правильности результатов с применением ГСО проводят в соответствии с показателями точности метода.

Инертный газ — азот технический по ГОСТ 9293.

Водород технический марки А или Б по ГОСТ 3022—80 или гелий высокой чистоты с объемной долей основного вещества не менее 99,9 %.

Микрошприц на 10 мм^3 или 1 мм^3 (Газохром).

Секундомер.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147, № 4, 5.

Печь муфельная электрическая, обеспечивающая нагрев до 1000 °С.

Сита с размером ячеек 0,25 и 0,5 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Сетка проволочная.

Щипцы тигельные.

Воронка стеклянная В 25—38 по ГОСТ 25336.

Тигель низкий № 4 ГОСТ 9147.

Трубка резиновая 1М 4,5 × 1,3 по ГОСТ 5496.

Линейка измерительная по ГОСТ 427.

Расходомер пенный.

Фильтр ФОБ по ТУ 6—09—1678.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Цеолиты СаА типа 5AZ толкут в фарфоровой ступке и отсеивают фракцию 0,25—0,5 мм, используемую в качестве наполнителя.

3.2. Тигель с наполнителем в количестве, достаточном для разовой засыпки колонки, помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре 450—500 °С в течение 5 ч.

3.3. Горячий наполнитель засыпают в колонку через подсоединенную к ней резиновой трубкой воронку. Концы колонки закрывают пробками из сетки длиной 10 мм.

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Оптимальные условия анализа:

длина колонки 100 мм,

внутренний диаметр колонки 3 мм,

объем пробы 0,2—1,2 мм^3,

расход газа-носителя водорода* 0,12—0,33 см^3/с,

---

* Допускается применять гелий, но срок службы наполнителя колонки при этом может значительно сокращаться.

скорость подачи инертного газа в термостат 0,83 $см^3/с$,

скорость движения диаграммной ленты потенциометра 0,5—1,55 мм/с,

температура: колонки (печи) — 300—450 °С,
термостата — 200—290 °С,
испарителя — 300—350 °С,

ток газохроматографического детектора по теплопроводности 70—110 мА.

4.2. Микрошприцем вводят в испаритель стандартный образец парафина в количестве 0,2—1,2 $мм^3$ и снимают хроматограмму (см. п. 4.6). После выхода пика *а* переключают тумблер полярности.

При правильно смонтированной приставке хроматограмма имеет вид, показанный на черт. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3, 4.4. **(Исключены, Изм. № 1).**

4.5. При подобранном режиме снимают две хроматограммы и рассчитывают содержание *н*-алканов по п. 5.1. Режим считается подобранным правильно и цеолит пригодным для работы, если расхождение между заданным и полученным значениями примесей в эталоне не превышает величины *r*, определяемой по таблице для заданного количества примесей (см. п. 5.3).

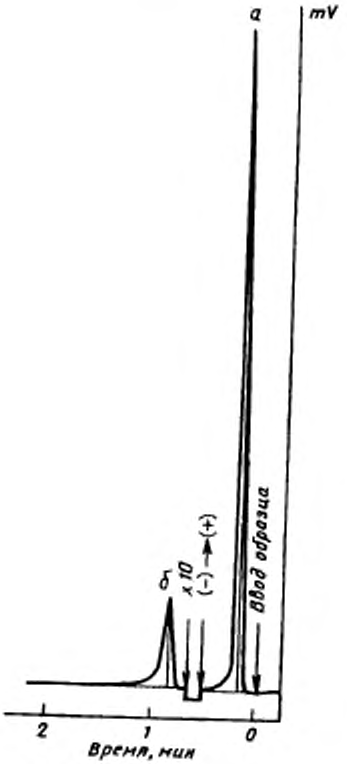
Один раз в сутки оптимальный режим работы прибора проверяют по стандартному образцу.

4.6. Микрошприцем вводят в испаритель анализируемую пробу. Типичные хроматограммы, полученные при анализе жидких парафинов, приведены на черт. 3. Хроматограмму записывают таким образом, чтобы оба пика выписались между сгибами диаграммной ленты. После записи на хроматограмме пика загрузки (пик *а*) изменяют полярность газохроматографического детектора, чтобы следующий пик (пик *б*), соответствующий количеству непоглощенных примесей, записался в ту же сторону. Одновременно увеличивают чувствительность самописца.

Если при анализе наблюдается увеличение фонового сигнала вследствие десорбции *н*-алканов из колонки, необходимо сделать перерыв между анализами 15—20 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Хроматограмма жидкого парафина промышленной выработки



Черт. 3*

* Черт. 2 (Исключен, Изм. №1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю *н*-алканов (A) в процентах вычисляют по формуле

$$A = 100 - B;$$

$$B = \frac{S_б}{S_а} \cdot 100\%,$$

где B — суммарное содержание примесей углеводородов в анализируемой пробе, %;

$S_б$ — площадь пика примесей *б*;

$S_а$ — площадь пика загрузки *а*.

Площади пиков подсчитывают как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на расстоянии, равном половине высоты. Высоты пиков проводят перпендикулярно к нулевой линии (см. черт. 3). Ширину пиков измеряют лупой. Сход пика примесей обычно не выходит на начальное положение нулевой линии. Это объясняется началом выхода легких *н*-алканов, содержащихся в пробе. Поэтому нулевую линию для расчета пика проводят, как показано на черт. 3, т.е. от начала выхода пика примесей до его конца.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. За результат испытаний принимается среднее арифметическое двух определений величины B, которая округляется до десятых долей процента.

5.3. Сходимость метода

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значение (r), выраженное в относительных процентах, приведенное в таблице.

Содержание примесей в массовых долях, %, $B_{ср}$	Сходимость (r), % от $B_{ср}$	Воспроизводимость (R), % от $B_{ср}$
1. От 0,3 до 1,0	11	50
2 Свыше 1,0 до 2,0	10	30
3. » 2,0	10	20

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.4. Воспроизводимость метода

Два результата определения, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значение (R), выраженное в относительных процентах, приведенное в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.С. Фадеев, канд. хим. наук, **Т.И. Успенский, А.Т. Бутякина, Б.Е. Назаренко, Н.Ф. Ковалева, Е.А. Шклярук**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР от 29 декабря 1982 г. № 5223**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 427—75	2
ГОСТ 3022—80	2
ГОСТ 5496—78	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 9293—74	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 25706—83	2

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 22.06.92 № 569**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1988 г., в июне 1992 г. (ИУС 10—88, 9—92)**

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 02.04.97. Подписано в печать 18.04.97.
Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,43. Тираж 162 экз. С 447. Зак. 318

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru