МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 12329— 2021

НЕФТЕПРОДУКТЫ И УГЛЕВОДОРОДНЫЕ РАСТВОРИТЕЛИ

Метод определения анилиновой точки и ароматических углеводородов

(ISO 2977:1997, NEQ)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (АО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 ноября 2021 г. № 145-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

Поправка

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ISO 2977:1997 «Нефтепродукты и углеводородные растворители. Определение анилиновой точки и анилиновой точки смеси» («Petroleum products and hydrocarbon solvents — Determination of aniline point and mixed aniline point», NEQ)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2021 г. № 1665-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 12329—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2023 г.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 12329—77

7 ИЗДАНИЕ апрель 2022 г. с Поправкой (ИУС №4 2022 г.)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021, 2022



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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Аппаратура 3
5.3 Термометры для определения анилиновой точки 3
5.5 Баня нагревающая и охлаждающая 4
6 Реактивы и материалы 4
7 Отбор проб 5
8 Подготовка к испытанию 5
9 Проведение испытания 6
10 Обработка результатов 6
11 Прецизионность метода 7
11.1 Повторяемость (сходимость) *r* 7
11.2 Воспроизводимость *R* 7
Приложение А (рекомендуемое) Метод определения анилиновой точки с использованием автоматического аппарата 8
Библиография 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ И УГЛЕВОДОРОДНЫЕ РАСТВОРИТЕЛИ

Метод определения анилиновой точки и ароматических углеводородов

Petroleum products and hydrocarbon solvents. Method for determination of aniline point and aromatic hydrocarbons

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения анилиновой точки или анилиновой точки смеси. Метод распространяется на прозрачные, светлые нефтепродукты и углеводородные растворители не темнее 6,5 по ГОСТ ISO 2049 (см. также [1]) с температурой начала кипения выше комнатной температуры, анилиновая точка которых ниже температуры начала кипения и выше температуры застывания смеси «анилин — проба». Метод также применяют для определения анилиновой точки смеси нефтепродуктов и углеводородных растворителей, имеющих анилиновые точки ниже температуры, при которой анилин кристаллизуется из смеси «анилин — проба».

1.2 Анилиновую точку (или анилиновую точку смеси) используют при определении характеристик чистых углеводородов и анализе углеводородных смесей. Ароматические углеводороды имеют самые низкие значения, а парафины — самые высокие значения анилиновой точки. Циклопарафины и олефины имеют промежуточные значения анилиновой точки. В гомологических рядах анилиновые точки увеличиваются по мере возрастания молекулярной массы. Хотя анилиновую точку можно использовать в сочетании с другими физическими свойствами в корреляционных методах для анализа углеводородов, однако наиболее часто ее применяют для оценки содержания ароматических углеводородов.

1.3 Применение настоящего стандарта может предусматривать использование опасных материалов и аппаратуры. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех требуемых мер обеспечения безопасности, связанных с его применением. Перед использованием настоящего стандарта пользователь должен принять соответствующие меры по обеспечению безопасности, охраны труда и окружающей среды и определить применимость нормативных ограничений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 400 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 1625 Формалин технический. Технические условия

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

ГОСТ ISO 2049 Нефтепродукты. Определение цвета (шкала ASTM)

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3900 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4145 Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5819 Реактивы. Анилин. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6994 Нефтепродукты светлые. Метод определения ароматических углеводородов

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10727 Нити стеклянные однонаправленные. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 18300[2)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104[3)] Весы лабораторные. Общие технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25828 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 27808 Парафины нефтяные жидкие. Определение ароматических углеводородов спектрофотометрическим методом

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующим определением:

3.1 **анилиновая точка:** Минимальная температура, при которой равные объемы анилина и испытуемого продукта полностью смешиваются.

3.2 **анилиновая точка смеси:** Минимальная температура, при которой смешиваются два объема анилина, один объем испытуемого продукта и один объем нормального эталонного гептана.

4 Сущность метода

4.1 Установленные объемы анилина и пробы или анилина, пробы и нормального эталонного гептана помещают в пробирку и механически перемешивают. Нагревают смесь с контролируемой скоростью до смешения двух фаз. Далее смесь охлаждают с контролируемой скоростью и температуру, при которой две фазы разделяются, отмечают как анилиновую точку.

4.2 Определение ароматических углеводородов методом анилиновых точек основано на определении температур взаимного растворения равных объемов анилина и растворителя до и после удаления из растворителя ароматических углеводородов. Удаление ароматических углеводородов проводят путем их адсорбции на силикагеле в стеклянной колонке.

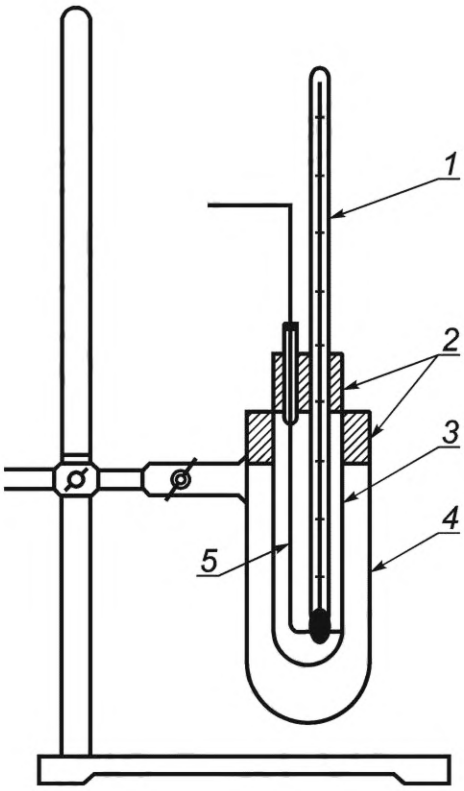
[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

5 Аппаратура

5.1 Используют аппаратуру, приведенную на рисунке 1.



1 — термометр для измерения анилиновой точки; *2* — пробки; *3* — испытательная пробирка; *4* — пробирка-муфта; *5* — гибкая проволочная мешалка

Рисунок 1 — Ручная аппаратура для определения анилиновой точки

5.1.1 Пробирка испытательная диаметром (25 ± 1) мм и длиной (150 ± 3) мм, изготовленная из термостойкого стекла.

5.1.2 Пробирка-муфта диаметром от 37 до 42 мм и длиной (175 ± 3) мм, изготовленная из термостойкого стекла.

5.1.3 Мешалка ручная или механическая из мягкой стальной проволоки диаметром 2 мм с концентрическим кольцом диаметром 19 мм в нижней части. Длина мешалки должна быть примерно 200 мм. Верхний конец мешалки должен быть изогнут под прямым углом к ее направляющей длиной примерно равной 55 мм. При автоматическом перемешивании применяют мешалку, выполненную в форме стержня длиной не более 450 мм. Стеклянную трубку длиной примерно 65 мм с внутренним диаметром 3 мм используют как направляющую мешалки.

Примечание — Допускается для определения анилиновой точки использовать автоматические аппараты, обеспечивающие получение результатов с показателями прецизионности не ниже предусмотренных в разделе 11. В приложении А приведен метод определения анилиновой точки с использованием автоматического аппарата.

5.2 Колонка адсорбционная, представляющая собой стеклянную трубку диаметром 10 мм, длиной 700 мм, суженную в нижней части, диаметр суженной части от 1,5 до 2,0 мм, длина (40 ± 2) мм, в верхней части колонки должно быть расширение диаметром (25 ± 2) мм, длиной (90 ± 3) мм для загрузки силикагеля.

5.3 Термометры для определения анилиновой точки

Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа ТН5 или ТИН7-2, ТИН7-3, ТИН7-4 по ГОСТ 400 или термометры ASTM 33C, ASTM 34C, ASTM 35C (см. также [2]).

Примечание — Допускается использовать термометры сопротивления, обеспечивающие получение результатов измерений с показателями прецизионности не ниже предусмотренных в разделе 11.

5.4 Весы аналитические высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие получение результатов взвешивания до 0,01 г, или весы лабораторные по ГОСТ 24104 с аналогичными характеристиками, позволяющие взвешивание испытательной пробирки и пробы, если пробу неудобно вводить пипеткой.

5.5 Баня нагревающая и охлаждающая

5.5.1 Баня, в которой в качестве термостатирующей жидкости используют неводную, прозрачную, нелетучую жидкость, например силиконовую (кремнийорганическую) жидкость, или любой светлый прозрачный теплоноситель с температурой вспышки не ниже 150 °С. Баня должна быть оборудована средствами регулирования нагрева. В качестве нагревающей или охлаждающей среды не допускается использовать воду, поскольку анилин является гигроскопичным. Применение влажного анилина может привести к недостоверным результатам испытаний.

Примечание — Например, если анилин содержит 0,1 % воды, то значение анилиновой точки сухого анилина с нормальным эталонным гептаном увеличивается примерно на 0,5 °С.

5.5.2 Если значение анилиновой точки менее точки росы атмосферы, то для определения анилиновой точки направляют умеренный поток инертного газа через пробирку на поверхностный слой смеси анилина и пробы.

5.5.3 Баня воздушная с соответствующей лампой накаливания или инфракрасной лампой мощностью от 250 до 375 Вт, оборудованная средствами регулирования нагрева.

5.6 Пипетки с одной меткой исполнения 1 по ГОСТ 29169, 2-го класса точности вместимостью 10,0 и 5,0 $см^3$ или пипетки с непрямым всасыванием, соответствующие классу А (см. также [3]), вместимостью 10,0 и 5,0 $см^3$.

5.7 Цилиндры 1—25 по ГОСТ 1770.

5.8 Пробирки П2-10—90 ХС по ГОСТ 25336.

5.9 Чашки фарфоровые 6, 7 или 8 по ГОСТ 9147.

5.10 Колбы конические по ГОСТ 25336, исполнения 2, вместимостью 500 и 100 $см^3$.

5.11 Стакан В-1—600, В-2—600, В-1—1000 или В-2—1000 ТХС по ГОСТ 25336, применяемый в качестве бани.

5.12 Рефрактометр типа Аббе или любой другой, обеспечивающий точность измерения не ниже 0,0002 D_n.

5.13 Шкаф сушильный или термостат, обеспечивающий нагревание до 200 °С.

5.14 Воронка фильтровальная ВФ-1 по ГОСТ 25336.

5.15 Эксикатор 2—180 или 2—230 по ГОСТ 25336.

5.16 Очки с защитными стеклами.

5.17 Перчатки защитные, непроницаемые для анилина.

Примечание — Допускается использовать аналогичные посуду, аппаратуру, оборудование с характеристиками, не уступающими указанным, и обеспечивающие получение результатов измерений с показателями прецизионности не ниже предусмотренных в разделе 11.

6 Реактивы и материалы

6.1 Анилин свежеперегнанный по ГОСТ 5819, квалификации ч. д. а.

6.2 Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828.

6.3 Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166 или кальций сернокислый безводный[1)].

6.4 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363.

6.5 Кислота серная по ГОСТ 4204, квалификации х. ч или ч. д. а.

6.6 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

6.7 Формалин технический по ГОСТ 1625, 40 %-ный водный раствор.

6.8 Силикагель технический марки АСКГ по ГОСТ 3956.

6.9 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

[1)] В Российской Федерации — по ТУ 6-09-706—76 «Кальций сернокислый, безводный (кальций сульфат) квалификации ч. д. а. и чистый».

6.10 Вата стеклянная по ГОСТ 10727.

6.11 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечание — Допускается применять реактивы, выпускаемые по технической документации, квалификации, не ниже указанной в настоящем стандарте, и обеспечивающие получение результатов с показателями прецизионности не ниже предусмотренных в разделе 11.

7 Отбор проб

Отбирают пробы по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, или в соответствии с требованиями национальных стандартов и правилами отбора проб испытуемого продукта.

8 Подготовка к испытанию

8.1 Сушат анилин аналитического качества не менее 12 ч над гранулами гидроокиси калия или гидроокиси натрия, декантируют и перегоняют в день использования, отбрасывая первые и последние 10 % дистиллята. Анилиновая точка приготовленного таким способом анилина при испытании с нормальным эталонным гептаном должна составлять (69,3 ± 0,2) °С. Определяют анилиновую точку по среднему значению результатов двух независимых испытаний. Расхождение между результатами не должно превышать 0,1 °С. При несоответствии анилиновой точки указанному значению повторяют очищение анилина, как указано выше.

8.2 Анилин, подготовленный к испытанию, хранят в бутылке из темного стекла не более 24 ч. Допускается вместо перегонки анилина в день его использования перегонять анилин, как описано выше, и собирать дистиллят в ампулы. Ампулы с подготовленным анилином хранят под вакуумом или в атмосфере азота в холодном и темном месте не более 6 мес.

8.3 Для проведения регулярных испытаний перегонка анилина не обязательна при условии, что анилин соответствует требованиям, предъявляемым к испытаниям с применением нормального эталонного гептана.

Примечание — Анилиновая точка анилина и нормального эталонного гептана, определяемая с применением автоматического аппарата, должна составлять (69,3 ± 0,2) °С с учетом корректировки по приложению А [формула (А.1)].

8.4 Переносят анилин в пипетку только при помощи резиновой груши. При работе с анилином необходимо соблюдать правила охраны труда и применять защитные перчатки и очки. Все работы с анилином необходимо проводить в вытяжном шкафу.

8.5 Выдерживают свежий силикагель в сушильном шкафу при температуре от 150 °С до 160 °С в течение 8 ч. Переносят горячий силикагель в нагретую колбу, которую немедленно плотно закрывают и охлаждают в эксикаторе над осушителем до комнатной температуры.

8.6 Помещают в нижнюю часть адсорбционной колонки стеклянную вату и небольшими порциями насыпают от 18 до 20 г силикагеля, уплотняя его постукиванием по стенке колонки. Уровень силикагеля должен находиться на расстоянии от 20 до 25 мм ниже расширенной части колонки. Укрепляют колонку в штативе в вертикальном положении.

8.7 Предварительно обезвоживают пробу нефтепродукта или растворителя, энергично встряхивая ее 3—5 мин с безводным сульфатом кальция или безводным сульфатом натрия в количестве 10 % от объема пробы. Удаляют суспендированный осушитель центрифугированием или фильтрацией.

8.8 Нагревают высоковязкие продукты до температуры, не вызывающей потерь легких фракций или дегидратации осушающего вещества (т. е. при применении сульфата натрия — до 30 °С и сульфата кальция — до 110 °С).

8.9 При наличии в продукте эмульгированной воды ее удаляют центрифугированием или альтернативными методами удаления влаги из продукта.

8.10 Для удаления из нефтепродукта или растворителя ароматических углеводородов добавляют в адсорбционную колонку, заполненную свежей порцией силикагеля, примерно 15 $см^3$ испытуемого нефтепродукта или растворителя и после того, как он полностью впитается в силикагель, добавляют в колонку от 25 до 35 $см^3$ этилового спирта.

8.11 Переносят деароматизированный нефтепродукт или растворитель с низа колонки в градуированные пробирки: первую порцию в количестве 5 $см^3$, две последующие — по 1,0 $см^3$, остальные — по 0,5 $см^3$. В отобранных порциях нефтепродукта или растворителя качественно определяют

ароматические углеводороды по формалитовой реакции. Для этого добавляют к одной или двум каплям деароматизированного нефтепродукта или растворителя 1 см^3 серной кислоты и 2—3 капли 40 %-ного водного раствора формалина. Образование темного кольца на границе раздела «серная кислота — испытуемый раствор» указывает на наличие в пробе ароматических углеводородов.

8.12 Отсутствие в нефтепродукте или растворителе ароматических углеводородов также можно проверить по коэффициенту рефракции в отбираемых порциях нефтепродукта или растворителя. Увеличение коэффициента рефракции в последовательно отобранной порции нефтепродукта или растворителя на 0,0005 указывает на наличие ароматических углеводородов.

8.13 Прекращают отбор нефтепродукта или растворителя из адсорбционной колонки при обнаружении в очередной порции нефтепродукта или растворителя ароматических углеводородов. Смешивают порции нефтепродукта или растворителя, не содержащие ароматических углеводородов.

8.14 Деароматизацию растворителей, выкипающих в пределах от 180 °С до 240 °С, проводят по ГОСТ 27808, применяя 98,5—99,0 %-ную серную кислоту, приготовленную по ГОСТ 6994.

9 Проведение испытания

9.1 Очищают и сушат аппаратуру перед испытанием.

9.2 Для определения анилиновой точки вводят во внутреннюю пробирку пипеткой по 10 см^3 анилина и пробы (нормального эталонного гептана, исходного или деароматизированного нефтепродукта или растворителя). Для определения анилиновой точки смеси нефтепродуктов и углеводородных растворителей, имеющих анилиновые точки ниже температуры, при которой анилин кристаллизуется из смеси, вводят во внутреннюю пробирку пипеткой 10 см^3 анилина, 5 см^3 пробы и 5 см^3 нормального эталонного гептана. Если продукт слишком вязкий для отбора пробы пипеткой, то количество пробы, соответствующее (10,00 ± 0,01) см^3 при комнатной температуре, взвешивают с использованием весов по 5.4. Плотность определяют по ГОСТ 3900 (см. также [4]).

9.3 Закрывают пробирку пробкой со вставленными в нее термометром и мешалкой и помещают в пробирку-муфту. Ртутный шарик термометра не должен касаться стенки пробирки и должен находиться на линии раздела нефтепродукта или растворителя и анилина.

9.4 Помещают прибор в баню. Нагревают баню со скоростью от 1 °С/мин до 3 °С/мин, перемешивая при этом термостатирующую жидкость мешалкой.

9.5 Во время нагрева бани содержимое пробирки быстро перемешивают до полного смешения исследуемого продукта с анилином при длине хода мешалки 50 мм, не допуская разбрызгивания и образования воздушных пузырьков.

9.6 Прекращают нагрев бани после получения однородного и прозрачного раствора в пробирке и, продолжая перемешивание раствора, охлаждают его со скоростью от 0,5 °С/мин до 1,0 °С/мин, наблюдая при этом за образованием мути, резко распространяющейся по всему объему жидкости и скрывающей ртутный шарик термометра. Отмечают с точностью до 0,1 °С температуру — анилиновую точку испытуемого продукта.

Примечание — Истинная анилиновая точка характеризуется помутнением, которое резко увеличивается при понижении температуры.

9.7 Нагревают и охлаждают пробу с анилином с указанной скоростью до получения трех последовательных результатов измерений, расхождение между которыми должно быть не более 0,1 °С. Если указанная точность не достигнута, повторяют определение с новой порцией пробы сухого анилина в чистой сухой аппаратуре.

9.8 Если проба с анилином при комнатной температуре образует однородную смесь, пробирку с пробиркой-муфтой помещают в охлаждающую баню, заполненную спиртом с твердой углекислотой и охлаждают смесь при постоянном перемешивании со скоростью от 0,5 °С/мин до 1,0 °С/мин до появления мути.

10 Обработка результатов

10.1 За анилиновую точку или анилиновую точку смеси принимают среднюю температуру, °С, трех определений с учетом поправки на погрешность калибровки термометра, округленную до 0,05 °С.

10.2 Вычисляют массовую долю ароматических углеводородов в нефтепродукте или растворителе X, %, по формуле

$$X = (T_1 - T_2) \cdot K, \quad (1)$$

где T_1 — анилиновая точка деароматизированного нефтепродукта или растворителя;

T_2 — анилиновая точка исходного нефтепродукта или растворителя;

K — анилиновый коэффициент, указанный в таблице 1.

Таблица 1 — Анилиновый коэффициент K

$T_1 - T_2$, °С	Анилиновый коэффициент K		
	Растворители, выкипающие в диапазоне от 60 °С до 130 °С	Уайт-спирит	Растворители, выкипающие в диапазоне от 180 °С до 240 °С
До 1,5 включ.	1,00	—	—
Св. 1,5 до 2,0 включ.	1,08	—	1,46
Св. 2,0 до 3,0 включ.	1,12	—	1,46
Св. 3,0 до 4,0 включ.	1,15	—	1,45
Св. 4,0 до 5,0 включ.	1,18	—	1,45
Св. 5,0 до 6,0 включ.	—	1,31	1,44
Св. 6,0 до 8,0 включ.	—	1,30	1,43
Св. 8,0 до 10,0 включ.	—	1,29	1,42
Св. 10,0 до 12,0 включ.	—	1,28	1,41
Св. 12,0 до 14,0 включ.	—	1,27	1,39

11 Прецизионность метода

11.1 Повторяемость (сходимость) *r*

Расхождение между результатами последовательных испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом продукте при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превышать следующие значения только в одном случае из 20:

анилиновая точка: r = 0,2 °С;

анилиновая точка смеси: r = 0,2 °С.

11.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытания, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать следующие значения только в одном случае из 20:

анилиновая точка: R = 0,5 °С;

анилиновая точка смеси: R = 0,7 °С.

Приложение А
(рекомендуемое)

Метод определения анилиновой точки с использованием автоматического аппарата

А.1. Автоматические аппараты для определения анилиновой точки выпускаются промышленностью и, как было установлено, позволяют получать результаты, в основном соответствующие требованиям настоящего стандарта. Пользователь должен обеспечить выполнение всех инструкций изготовителя по стандартизации, регулировке и эксплуатации аппарата. Определенные виды аппаратов не подходят для всех типов продуктов, на которые распространяется настоящий стандарт, и во всех случаях, когда возникают спорные ситуации, необходимо использовать только ручной метод.

А.2 Автоматические аппараты должны иметь устройство для детектирования изменений помутнения пробы, средства нагрева смеси пробы и анилина, а также термометр или датчик температуры, соответствующие требуемой точности метода испытаний настоящего стандарта.

А.3 Готовят аппарат в соответствии с инструкциями изготовителя и убеждаются в том, что он чистый и сухой. Проводят измерения в соответствии с инструкциями изготовителя, используя общий объем анилина, пробы (и гептана), установленный для аппаратуры в соответствии с 9.2, или требованиями на используемое оборудование. Результаты трех определений должны соответствовать требованиям 9.7 и 10.1.

А.4 Фактическая температура, зарегистрированная автоматическим аппаратом, может не соответствовать анилиновой точке, определяемой по методу испытаний настоящего стандарта. Если этот факт известен или предполагается, то вычисляют скорректированную анилиновую точку $X_{с.а.}$, °С, по формуле

$$X_{с.а.} = \frac{X_a - A}{B}, \quad (А.1)$$

где X_a — зарегистрированная анилиновая точка, °С;

A — температурная поправка, °С;

B — постоянная.

А.5 Определяют для каждого типа аппарата A и B, как указано ниже.

Примечание — По результатам межлабораторных сравнительных испытаний установлено, что анилиновые точки, определенные на некоторых видах автоматических аппаратов, ниже, чем соответствующие точки, определенные по методу испытаний настоящего стандарта. Это различие увеличивается при использовании относительно более высоких значений скорости охлаждения проб, а также при возрастании анилиновой точки. Данные получены в пяти лабораториях для пяти проб с анилиновыми точками в диапазоне от 34 °С до 87 °С. Постоянные A и B рассчитаны для комбинированных данных и составляют 0,79 и 0,991 соответственно. Хотя в данном методе минимальное количество проб равно девяти, постоянные A и B в формуле (А.1) можно определить более точно, если использовать большее количество проб.

А.6 Определяют анилиновую точку по методу испытаний настоящего стандарта, а также с использованием автоматического аппарата для трех или более проб с анилиновыми точками в каждом из диапазонов температуры от 43 °С до 50 °С, от 60 °С до 65 °С и от 75 °С до 80 °С. Вычисляют А и В методом наименьших квадратов путем совместного решения следующих уравнений:

$$\sum(X_a) = NA + B\sum(X_c); \quad (А.2)$$

$$\sum(X_a X_c) = A\sum(X_c) + B\sum(X_c^2), \quad (А.3)$$

где $\sum(X_a)$ — сумма результатов определения анилиновой точки, полученных на автоматическом аппарате;

N — количество проб;

$\sum(X_c)$ — сумма результатов определения анилиновой точки, полученных по методу испытаний в настоящем стандарте;

$\sum(X_a X_c)$ — сумма произведений результатов определения анилиновой точки, полученных по методу испытаний в настоящем стандарте, а также результатов, полученных на автоматическом аппарате для каждой пробы;

$\sum(X_c^2)$ — сумма квадратов результатов определения анилиновой точки, полученных по методу испытаний в настоящем стандарте.

Библиография

[1]	АСТМ Д1500 (ASTM D1500)	Метод определения цвета нефтепродуктов (цветовая шкала ASTM) [Standard test method for ASTM color of petroleum products (ASTM color scale)]
[2]	АСТМ Е1 (ASTM E1)	Спецификация ASTM на стеклянные жидкостные термометры (Standard specification for ASTM liquid-in-glass thermometers)
[3]	ИСО 648 (ISO 648)	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой (Laboratory glassware — Single-volume pipettes)
[4]	АСТМ Д4052 ASTM D4052[1)]	Метод определения плотности, относительной плотности и плотности в градусах API жидкостей цифровым плотномером (Standard test method for density, relative density and API gravity of liquids by digital density meter)

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 57037—2016 «Нефтепродукты. Определение плотности, относительной плотности и плотности в градусах API цифровым плотномером».

УДК 665.6:006.354 МКС 75.080 NEQ

Ключевые слова: нефтепродукты и углеводородные растворители, метод определения анилиновой точки и ароматических углеводородов

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Г.Р. Арифулина*

Подписано в печать 27.04.2022. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 22 экз. Зак. 826

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано в ФГБУ «РСТ»,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 12329—2021 Нефтепродукты и углеводородные растворители. Метод определения анилиновой точки и ароматических углеводородов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2022 г.)

gost.e-ecolog.ru