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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
11244—
2018**

НЕФТЬ

Метод определения потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (АО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 сентября 2018 г. № 562-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11244—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 11244—76

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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 Сущность метода 2
4 Аппаратура 2
5 Реактивы и материалы 5
6 Подготовка к испытанию 5
7 Отбор проб 6
8 Проведение испытания 6
9 Обработка результатов 14
Приложение А (справочное) Пример записи результатов адсорбционного разделения депарафинированного дистиллята и группы полученных фракций 15
Библиография 18

Поправка к ГОСТ 11244—2018 Нефть. Метод определения потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Украина	UA	Минэкономразвития Украины

(ИУС № 2 2019 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НЕФТЬ

Метод определения потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел

Petroleum. Method for determination of potential content of distillation and residue oils

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел в нефти.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 33—2016 Нефть и нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической и динамической вязкостей

ГОСТ 400—80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3900—85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8050—85 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

ГОСТ 8448—78 Бензол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9880—76 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 11011—85 Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12162—77 Двуокись углерода твердая. Технические условия

ГОСТ 12525—85 Цетан эталонный. Технические условия

ГОСТ 14710—78 Толуол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 19932—99 (ИСО 6615—93) Нефтепродукты. Определение коксуемости методом Конрадсона

ГОСТ 20287—91 Нефтепродукты. Методы определения температур текучести и застывания

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

* В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

ГОСТ 25371—97 (ИСО 2909—81) Нефтепродукты. Расчет индекса вязкости по кинематической вязкости

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ OIML R 76-1—2011 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 в информационной системе общего полозования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты», в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в разгонке нефти на фракции, депарафинизации, деасфальтенизации и адсорбционном разделении полученных фракций и остатков, последовательном смешении отдельных групп углеводородов и определении физико-химических показателей в полученных смесях.

4 Аппаратура

4.1 Аппарат АРН-2 по ГОСТ 11011.

4.2 Посуда лабораторная фарфоровая по ГОСТ 9147:

4.2.1 Воронка Бюхнера № 2 или № 3 с крышкой, вмонтированная в металлическую баню диаметром 210 мм, высотой 130 мм, обшитую теплоизоляционным материалом.

4.2.2 Чашка для выпаривания 7 или 8.

4.3 Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336:

4.3.1 Склянка с тубусом исполнения 1 или 2, вместимостью 500 см^3.

4.3.2 Колбы типа Кн, исполнения 1 или 2, вместимостью 500, 1000 и 2000 см^3 из стекла группы ТС или ТХС.

4.3.3 Колбы типа КП, исполнения 1 или 2, вместимостью 250, 500 см^3, из стекла группы ТС или ТХС.

4.3.4 Колбы КГУ-2-1-250-29/32 и КГУ-2-1-500-29/32 с насадкой Н1-29/32-14/23-14/23, холодильником типа ХПТ-1 или ХПТ-2 длиной 400 или 600 мм, изгибом или алонжем любого типа из стекла ТС или ТХС.

4.3.5 Воронки В-100-150, В-100-200, В-150-230 из стекла группы ТС или ТХС.

4.3.6 Дефлегматор 200-14/23-14/23 ТХС, который присоединяют к пробиркам-приемникам на конусе или при помощи корковой пробки.

4.3.7 Воронка капельная ВК-50 ХС.

4.4 Промывалка с резиновой грушей.

4.5 Термометры:

4.5.1 Термометры типа ТН-7 или ТН-8 по ГОСТ 400.

4.5.2 Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ 2 № 4 по [1].

Примечание — Допускается наряду с ртутными термометрами использовать электронные термометры, аналогичные по своим метрологическим и техническим характеристикам ртутным термометрам.

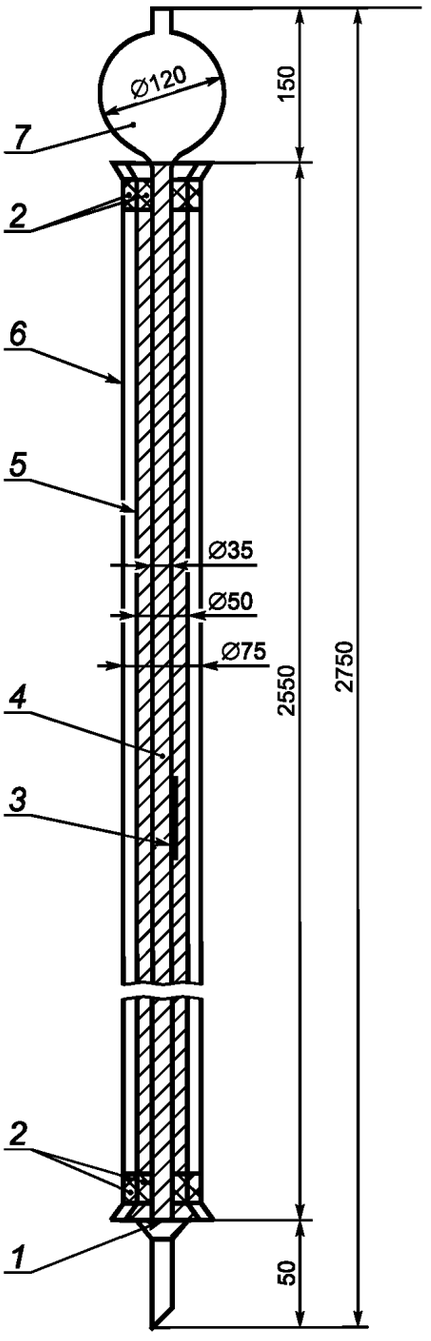
4.6 Колонка адсорбционная (см. рисунок 1) из термически и химически стойкого стекла ТХС, укрепленная на металлической решетке.

Присоединяют стеклянный кран к нижней части колонки, при помощи которого регулируется скорость отбора фильтрата.

4.7 Пробирки-приемники из термически и химически стойкого стекла высотой 150 мм, диаметром 36 мм, с меткой на 50 см^3 для отбора фракций из колонки. Можно использовать пробирки со шлифом. Отгоняют растворитель непосредственно из этих же пробирок.

4.8 Штативы для пробирок.

4.9 Колонка *U*-образная с капельной воронкой (см. рисунок 2) для определения разделяющей способности силикагеля.



1 — стеклянная вата; *2* — асбестовый уплотнитель; *3* — термометр; *4* — адсорбционная колонка; *5* — внутренняя трубка муфты со спиралью из нихромовой проволоки; *6* — внешняя трубка муфты; *7* — резервуар для налива испытуемого продукта

Рисунок 1 — Адсорбционная колонка

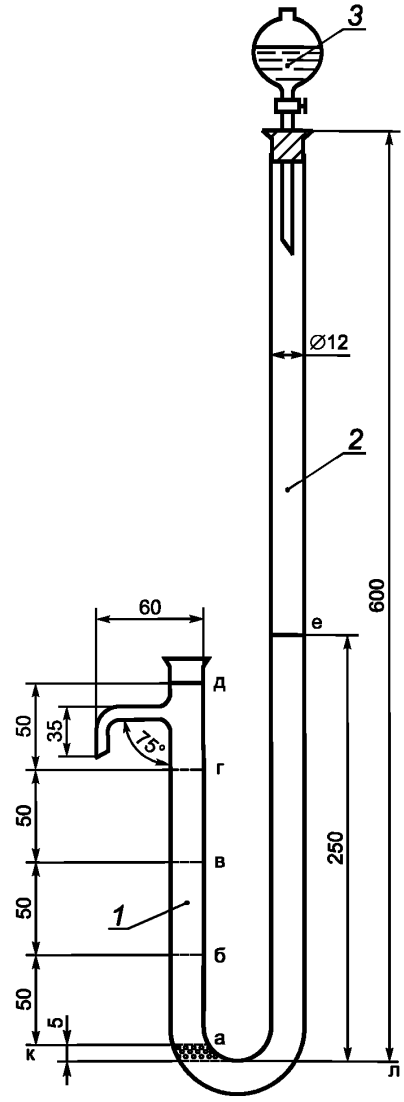
4.9.1 Штативы для укрепления приемников и *U*-образной колонки.

4.10 Приемники для отбора фракций из *U*-образной колонки представляют собой пробирки высотой (42 ± 1) мм, диаметром (8,0 ± 0,5) мм, градуированные на 0,2 и 0,3 $см^3$ с погрешностью не более 0,01 $см^3$.

4.11 Мановакуумметр *U*-образный стеклянный.

4.12 Рефрактометр типа ИРФ-22 или 454Б.

Примечание — Допускается использовать рефрактометр другого типа, аналогичный по своим метрологическим и техническим характеристикам.



1 — короткое колено *U*-образной трубки; *2* — длинное колено *U*-образной трубки; *3* — капельная воронка

Рисунок 2 — Колонка для определения разделяющей способности силикагеля

4.13 Шпатель.

4.14 Палочки стеклянные с оплавленным концом длиной от 150 до 200 мм.

4.15 Насос вакуумный.

4.16 Автотрансформатор типа АОСН или другой, позволяющий регулировать обогрев адсорбционной колонки в требуемых пределах.

4.17 Баня цилиндрической формы из белой жести внутренним диаметром не менее 250 мм, высотой приблизительно 120 мм с тепловой изоляцией для охлаждения образца продукта и растворителя при депарафинизации.

4.18 Электроплитка с закрытой спиралью.

4.19 Баня водяная с электронагревом.

4.20 Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до температуры (150 ± 5) °С.

4.21 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

4.22 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с диапазоном взвешивания не более 210 г, с точностью взвешивания (дискретностью) 0,01 г или весы лабораторные по ГОСТ 24104 с аналогичными характеристиками.

5 Реактивы и материалы

5.1 Метилэтилкетон (2-бутанон) по [2].

5.2 Ацетон по ГОСТ 2603.

5.3 Бензол нефтяной по ГОСТ 9572, или каменноугольный по ГОСТ 8448, или бензол по ГОСТ 5955.

5.4 Толуол нефтяной по ГОСТ 14710 или каменноугольный по ГОСТ 9880.

5.5 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 5962.

5.6 Изопентан по [3].

5.7 α-метилнафталин по [4].

5.8 Силикагель марки АСКГ с размерами зерен от 0,20 до 0,50 мм по ГОСТ 3956 с разделяющей способностью не менее 40 %.

5.9 Смесь контрольная, состоящая из 80 % цетана и 20 % α-метилнафталина (по массе), для определения разделяющей способности силикагеля.

5.10 Эфир петролейный марок 40-70 и 70-100 по [5].

5.11 Двуокись углерода жидкая по ГОСТ 8050 или азот газообразный технический по ГОСТ 9293 в баллоне с редукционным вентилем и манометром.

5.12 Цетан (гексадекан) эталонный по ГОСТ 12525.

5.13 Двуокись углерода твердая по ГОСТ 12162.

5.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Подготовка к депарафинизации

6.1.1 Готовят растворитель перед началом депарафинизации, смешивая 40 объемных долей метилэтилкетона и 60 толуола или 30 объемных долей ацетона и 70 толуола.

6.1.2 Вставляют через пробку в колбу для фильтрования под вакуумом воронку Бюхнера, вмонтированную в металлическую баню (4.16). На дно воронки помещают бумажный фильтр и закрывают ее крышкой. В баню наливают этиловый спирт, устанавливают термометр типа ТН-8 и охлаждают воронку.

6.1.3 Соединяют колбу для фильтрования вакуумной резиновой трубкой через промежуточную колбу с вакуумным насосом. Присоединяют ртутный вакуумметр к вакуумной трубке через тройник, а через другой тройник присоединяют кран, соединенный с атмосферой.

6.1.4 Для охлаждения раствора навески испытуемого продукта и растворителя готовят вторую баню, которую наполняют этиловым спиртом и устанавливают термометр типа ТН-8.

6.2 Подготовка к адсорбционному разделению

6.2.1 Помещают силикагель в фарфоровую чашу и выдерживают в сушильном шкафу 12 ч при температуре (150 ± 5) °С, периодически помешивая.

Переносят высушенный силикагель в горячем состоянии в нагретую стеклянную колбу, плотно закрывают резиновой пробкой и взвешивают.

6.2.2 Для определения разделяющей способности силикагеля, подготовленного по 6.2.1, в нижнюю часть короткого колена и отвод колена *U*-образной колонки (см. рисунок 2) помещают стекловату для удержания силикагеля. Насыпают небольшими порциями в короткое колено от 12 до 15 г силикагеля и уплотняют до метки «д» непрерывным постукиванием по колонке деревянной палочкой. Массу силикагеля определяют по разности массы колбы с силикагелем до и после наполнения трубки.

Вносят по каплям контрольную смесь (5.9) через капельную воронку в длинное колено трубки со скоростью, обеспечивающей пропитку силикагеля контрольной смесью не менее чем за 1 ч, при этом смесь должна последовательно пройти через каждые 15 мин отметки «а», «б», «в», «г», «д» на коротком колене.

Отбирают фракции через боковой отвод в приемники по 0,3 $см^3$ в каждый со скоростью 0,3 $см^3$/мин.

Регулируют скорость высотой столба жидкости в высоком колене.

Отбирают от 20 до 25 фракций, количество которых обеспечивает появление α-метилнафталина.

6.2.3 Определяют показатель преломления n_D^{20} в каждой фракции с помощью рефрактометра. Повышение показателя преломления на 0,0005 указывает на появление α-метилнафталина.

6.2.4 Вычисляют разделяющую способность силикагеля *A*, %, по формуле

$$A = \frac{0{,}3 \cdot 0{,}774 \cdot n \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где 0,3 — объем продукта в каждом приемнике, $см^3$;

0,774 — плотность цетана, $г/см^3$;

n — количество фракций, свободных от α-метилнафталина;

m — масса силикагеля, г.

6.2.5 Заполняют силикагелем, подготовленным по 6.2.1, адсорбционную колонку (см. рисунок 1). Насыпают силикагель небольшими порциями и уплотняют непрерывным постукиванием по колонке деревянной палочкой. Количество силикагеля, помещенного в адсорбционную колонку, определяют по разности массы колбы с силикагелем до и после наполнения колонки.

6.2.6 Регенерируют силикагель после каждого адсорбционного разделения для его многократного использования. Для этого к верхней части резервуара присоединяют резиновую трубку для подачи инертного газа из баллона через редукционный вентиль. Одновременно включают обогрев колонки и медленно повышают температуру до тех пор, пока не прекратится выделение паров растворителя из колонки.

Пары растворителя отводят в вытяжной шкаф через ловушку, присоединенную к низу колонки.

Затем повышают температуру в колонке до 150 °С и поддерживают ее в течение 2—3 ч в токе инертного газа. После этого обогрев колонки выключают и охлаждают силикагель также в токе инертного газа. Когда температура в колонке снизится до температуры окружающей среды, прекращают подачу инертного газа.

6.2.7 Проверяют разделяющую способность силикагеля после каждых 10 опытов в соответствии с 6.2.2. При снижении активности на три-четыре единицы заменяют силикагель.

Регенерацию силикагеля можно проводить вне колонки, промывая его горячей дистиллированной водой и высушивая в сушильном шкафу, как указано в 6.2.1.

7 Отбор проб

Отбор проб проводят по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873.

8 Проведение испытания

8.1 Отбор фракций нефти

8.1.1 Испытуемый образец нефти перегоняют в аппарате АРН-2 по ГОСТ 11011 и отбирают для испытаний фракции, выкипающие при температуре в пределах 300 °С — 400 °С, 400 °С — 450 °С, 450 °С — 500 °С, и остаток, или 300 °С — 350 °С, 350 °С — 400 °С, 400 °С — 450 °С, 450 °С — 500 °С, и остаток, или 300 °С — 350 °С, 350 °С — 420 °С, 420 °С — 500 °С, и остаток, или 300 °С — 350 °С, 350 °С — 450 °С, 450 °С — 500 °С, и остаток, или остаток выше 350 °С.

8.1.2 Порядок испытаний дистиллятных фракций и остатков приведен на рисунках 3—5.

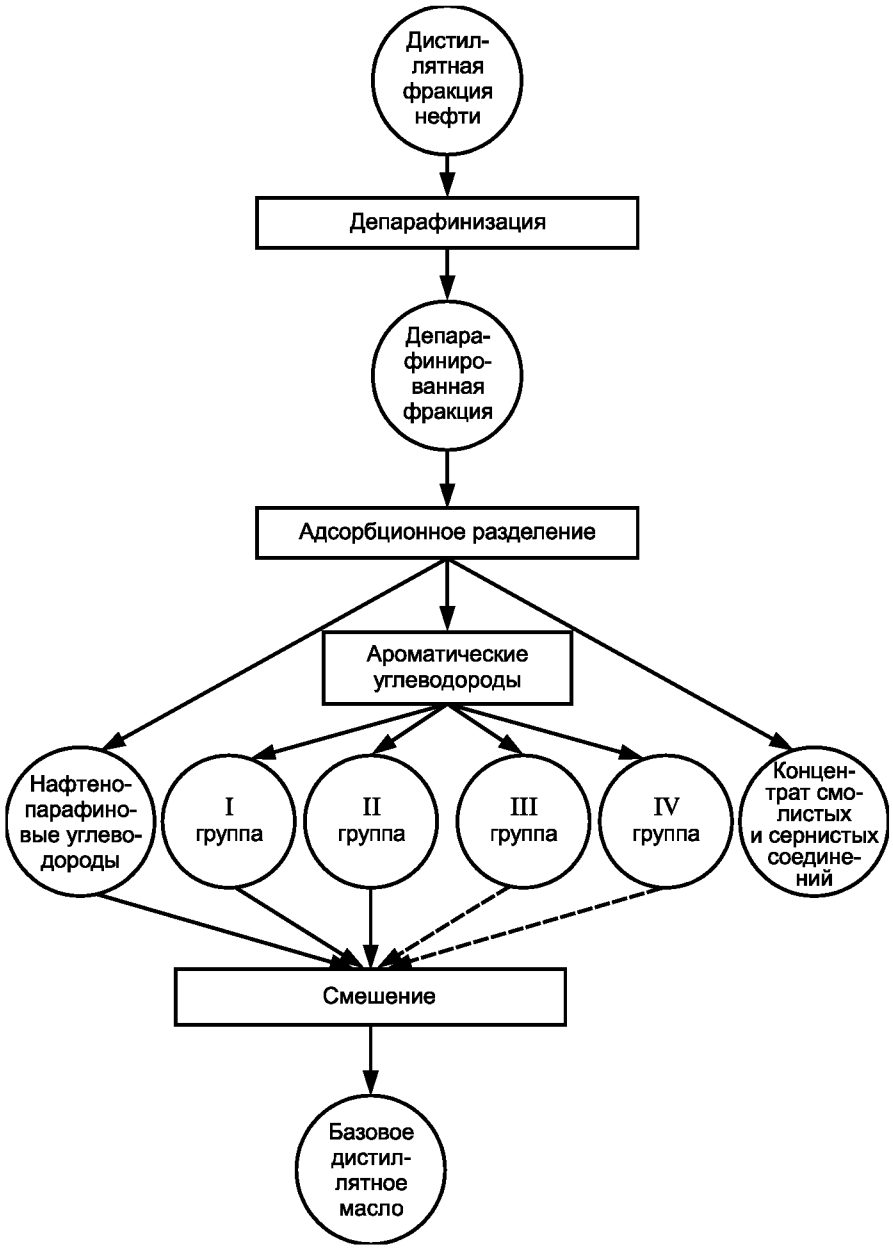


Рисунок 3 — Схема испытаний дистиллятной фракции нефти

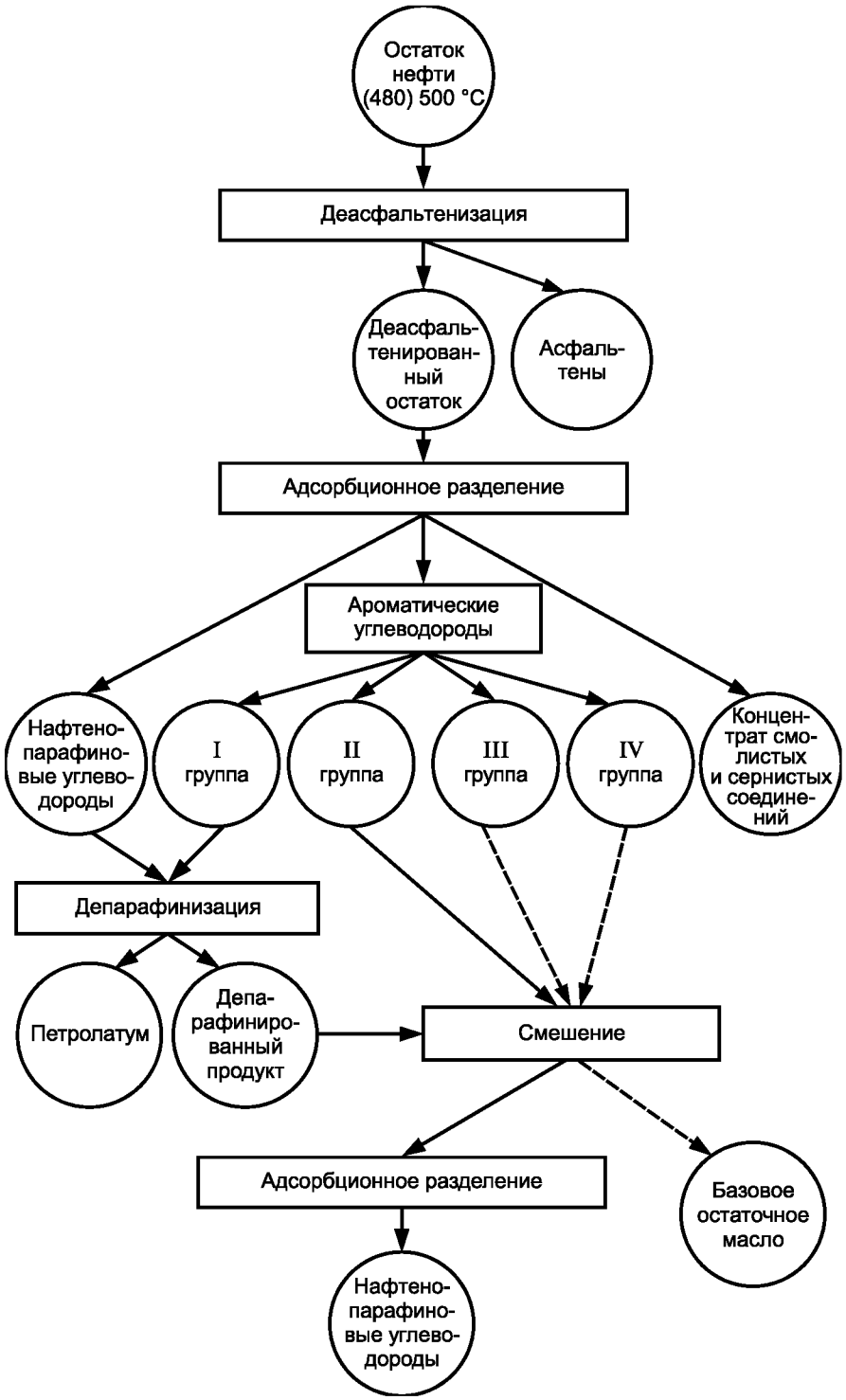


Рисунок 4 — Схема испытаний остатка нефти при температуре от 480 °С до 500 °С

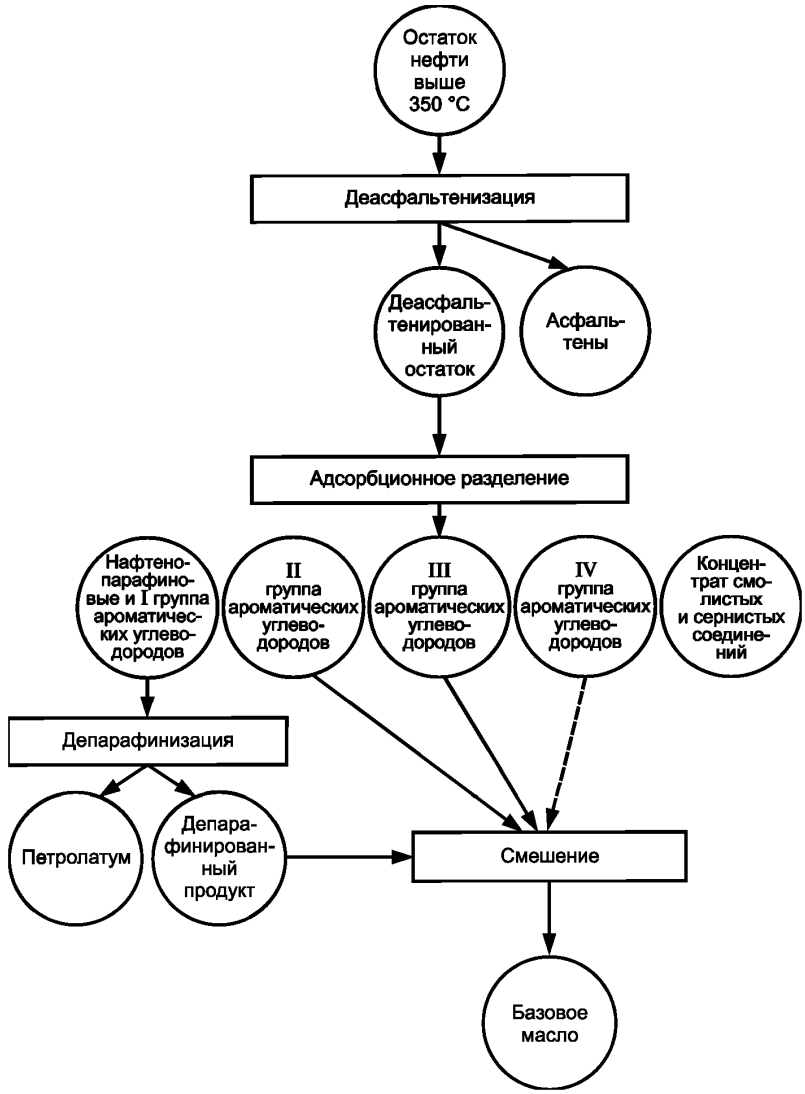


Рисунок 5 — Схема испытаний остатка нефти при температуре от 350 °С до 480 °С

8.2 Деасфальтенизация

8.2.1 Деасфальтенизации подвергают остатки, полученные по 8.1.1 (см. рисунки 4, 5). Если содержание асфальтенов в нефти не более 2,5 %, то адсорбционное разделение остатка при температуре выше 350 °С проводят без предварительной деасфальтенизации.

8.2.2 В коническую колбу вместимостью 2000 см^3 помещают 100 г остатка после перегонки нефти и постепенно приливают при тщательном перемешивании 10-кратное количество изопентана или петролейного эфира (марка 40-70), после чего выдерживают раствор не менее 3 ч для выделения асфальтенов.

8.2.3 Выпавшие асфальтены отфильтровывают через бумажный фильтр и промывают петролейным эфиром (марка 70-100) для более полного извлечения масла.

8.2.4 Сливают фильтрат в предварительно взвешенную колбу типа КП. В горловину колбы вставляют через пробку капиллярную трубку, по которой подводят углекислый газ. Помещают колбу в водяную баню с электронагревом, соединяют отводную трубку колбы с холодильником и отгоняют растворитель в токе углекислого газа.

Затем колбу с деасфальтенизированным остатком охлаждают до температуры окружающей среды и взвешивают.

8.2.5 Выход деасфальтенизированного остатка X_1, % масс., вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1}, \quad (2)$$

где m_2 — масса деасфальтенизированного остатка, г;

m_1 — масса остатка, взятого для деасфальтенизации, г.

8.3 Депарафинизация

8.3.1 Депарафинизации подвергают дистиллятные фракции, полученные по 8.1.1, смесь нафтено-парафиновых (циклано-алкановых) и I группы ароматических (ареновых) углеводородов, полученных после адсорбционного разделения остатков при температуре выше 350 °С и от 480 °С до 500 °С (см. рисунки 3—5).

Если содержание парафина в нефти не более 1,5 %, адсорбционное разделение дистиллятных фракций проводят без депарафинизации.

8.3.2 В коническую колбу вместимостью 500 см^3 помещают 100 г анализируемого образца нефтепродукта.

Нагревают смесь нафтено-парафиновых и I группы ароматических углеводородов в колбе до температуры от 50 °С до 60 °С, добавляют половину растворителя (раздел 5), количество которого определяют по таблице 1, после чего раствор вновь нагревают до полного растворения парафинов, затем охлаждают при перемешивании до температуры окружающей среды.

Дистиллятные фракции нагревают в колбе на водяной бане до температуры от 50 °С до 60 °С (до полного расплавления парафина), затем охлаждают до температуры окружающей среды.

8.3.3 Помещают в баню образец нефтепродукта, подготовленный по 8.3.2, и добавлением твердой углекислоты при перемешивании снижают температуру бани со скоростью от 1 до 2 °С/мин.

Одновременно помещают в баню колбы с растворителем в количестве, необходимом для депарафинизации и промывки фильтра. Добавляют к дистиллятной фракции после выпадения кристаллов парафина половину требуемого количества охлажденного до температуры образца растворителя в соответствии с таблицей 1 и охлаждают его при перемешивании.

При температуре раствора минус 27 °С — минус 28 °С колбы с раствором выдерживают в течение от 10 до 12 мин, затем добавляют вторую половину растворителя, охлажденного до минус 27 °С — минус 28 °С. За это время снижают температуру охладительной смеси в бане, в которую вмонтирована воронка Бюхнера до минус 32 °С — минус 33 °С.

8.3.4 Включают вакуумный насос, закрывают кран, соединяющий колбу для фильтрования с атмосферой, создают вакуум 0,4 МПа (300 мм. рт. ст.), смачивают фильтр в воронке охлажденным растворителем, подготовленным для промывки осадка на фильтре, и выливают на фильтр испытуемый раствор с выпавшим парафином. Стенки колбы смывают частью охлажденного растворителя, который сливают на фильтр.

Промывают осадок петролатума или гача на фильтре оставшимся охлажденным растворителем, разравнивая шпателем лепешку осадка для равномерного распределения растворителя по поверхности лепешки и во избежание образования на ней трещин.

Соотношение образца нефтепродукта, взятого для депарафинизации, и растворителя для промывки фильтра составляет 1:1.

По окончании промывки и фильтрования открывают кран, соединяющий систему с атмосферой, и выключают вакуумный насос.

8.3.5 Для удаления следов масла из осадка его подвергают дополнительной обработке. Для этого снимают осадок с фильтра шпателем, разбавляют его охлажденным до минус 28 °С растворителем (соотношение продукта и растворителя 1:1—1:1,5 в пересчете на исходный нефтепродукт), снова отфильтровывают при температуре, указанной в 8.3.3, и промывают растворителем в количестве 1:1.

По окончании промывки и фильтрования открывают кран, соединяющий систему с атмосферой, и выключают вакуумный насос.

8.3.6 Снимают шпателем с фильтра петролатум, выпаривают растворитель, сушат в сушильном шкафу при температуре (100 ± 5) °С до постоянной массы, затем взвешивают и определяют температуру плавления.

Т а б л и ц а 1 — Количество растворителя для депарафинизации

Наименование нефтепродукта	Соотношение нефтепродукта и растворителя
Дистиллятная фракция, полученная из нефти с содержанием парафина, %:	
не более 6,5	1:3
св. 6,5	1:4
Смесь нафтено-парафиновых с I группой ароматических углеводородов, полученная при адсорбционном разделении остатков из нефтей с содержанием парафина, %:	
не более 6,5	1:4
св. 6,5	1:6

8.3.7 Сливают фильтрат из колбы для фильтрования под вакуумом в предварительно взвешенную колбу типа КГУ (4.3.4), соединенную с насадкой, холодильником и изгибом, вставляют в горловину колбы на пробке капиллярную трубку, подводящую азот или углекислый газ, вставляют в тубус колбы термометр типа ТН-7 (4.5.1), устанавливают колбу в колбонагреватель и соединяют отводную трубку колбы с холодильником.

Растворитель отгоняют в токе инертного газа до температуры жидкости, не превышающей 140 °С.

После отгона растворителя охлаждают колбу с депарафинированным маслом до температуры окружающей среды и взвешивают.

8.3.8 Массовую долю петролатума X_2 ,%, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_3 \cdot 100}{m_4}, \quad (3)$$

где m_3 — масса петролатума после отгона растворителя, г;

m_4 — масса образца продукта, подвергнутого депарафинизации, г.

Массовую долю депарафинированного масла X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_5 \cdot 100}{m_4}, \quad (4)$$

где m_5 — масса масла после депарафинизации и отгона растворителя, г;

m_4 — масса продукта, подвергнутого депарафинизации, г.

8.4 Адсорбционное разделение

8.4.1 Адсорбционному разделению подвергают депарафинированные фракции (8.3), деасфальтенизированные остатки (8.2) и депарафинированную смесь нафтено-парафиновых и ароматических углеводородов, полученную после адсорбционного разделения остатка (см. рисунок. 4). Соотношение продукта и силикагеля 1:10, для высокосмолистых — 1:15.

8.4.2 Пропитывают петролейным эфиром (марка 70-100) адсорбционную колонку, подготовленную по 6.2.5, для чего в резервуар помещают от 1000 до 1500 см^3 петролейного эфира.

8.4.3 Растворяют от 50 до 100 г образца нефтепродукта в петролейном эфире марки 70-100. Соотношение массы нефтепродукта и петролейного эфира составляет 1:3.

8.4.4 После того как петролейный эфир полностью смочит силикагель и вверху колонки останется столб петролейного эфира высотой от 2 до 5 мм, в колонку помещают раствор образца нефтепродукта, подготовленный по 8.4.3. При разделении деасфальтенизированных остатков перед помещением раствора образца нефтепродукта нагревают колонку до температуры от 35 °С до 45 °С.

8.4.5 Устанавливают скорость отбора раствора от 3,0 до 3,5 см^3/мин с помощью крана в низу колонки.

8.4.6 Под колонку устанавливают колбу вместимостью 1000 см^3 для отбора чистого петролейного эфира.

8.4.7 После того как раствор анализируемого нефтепродукта почти полностью впитается в силикагель, не допуская высыхания его верхнего слоя, в резервуар колонки порциями помещают 2500 см^3

петролейного эфира. Каждую последующую порцию добавляют, не давая высыхать верхнему слою силикагеля.

Указанные в данном пункте и 8.4.8 количества растворителя даны в расчете на загрузку от 50 до 100 г образца исследуемого нефтепродукта.

8.4.8 После того как весь петролейный эфир войдет в силикагель, для более четкого разделения отдельных групп ароматических углеводородов и смолистых веществ помещают в колонку последовательно смеси растворителей, указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Состав смеси для разделения отдельных групп ароматических углеводородов и смолистых веществ

Состав смеси, %		Количество смеси, $см^3$
Бензол	Петролейный эфир	
5	95	1500
15	85	1500
100	0	500

При адсорбционном разделении деасфальтенизированного остатка объем смеси (15 % бензола и 85 % петролейного эфира) увеличивают до 2000 $см^3$.

8.4.9 Помещают в резервуар колонки 500 $см^3$ спиртобензольной смеси в соотношении 1:1 для полной десорбции смолистых веществ после того, как последняя часть смеси бензола и петролейного эфира войдет в силикагель.

Полное вытеснение спирто-бензольной смеси осуществляется в объеме от 400 до 800 $см^3$ петролейного эфира до выхода из адсорбционной колонки неокрашенных соединений.

8.4.10 При заполнении колонки петролейным эфиром, раствором исходного продукта и последующей десорбции из адсорбционной колонки сначала вытесняется чистый петролейный эфир, затем последовательно растворы отдельных групп углеводородов и концентрат смолистых и сернистых соединений.

Объем вытесненного чистого петролейного эфира обычно составляет примерно 70 % растворителя, израсходованного на заполнение колонки, и он может быть повторно использован без перегонки.

8.4.11 Растворы, вытесненные снизу колонки, после отбора примерно 700 $см^3$ чистого петролейного эфира собирают в отдельные пробирки-приемники вместимостью 50 $см^3$. От каждой полученной фракции отгоняют растворитель.

Для этого в приемник с помощью корковой пробки вставляют дефлегматор и трубку для пропускания инертного газа. Приемник помещают в водяную баню и соединяют дефлегматор с холодильником. Отгоняют растворитель при температуре бани от 90 °С до 100 °С в токе инертного газа. При перегонке сильно разбавленных растворов во избежание потери выделенных при адсорбции фракций последовательно объединяют смежные фракции и отгоняют в одном и том же приемнике до накопления от 2 до 3 г фракции.

8.4.12 Взвешивают фракции, полученные после отгона растворителя, вычисляют их массовую долю в процентах и определяют показатель преломления и дисперсию.

8.5 Определение содержания групп углеводородов и смолистых веществ, полученных при адсорбционном разделении

Смешивают полученные при адсорбционном разделении фракции с целью выделения групп, указанных ниже.

8.5.1 К нафтено-парафиновым углеводородам относят фракции с показателем преломления не более 1,49 и величиной дисперсии не выше 85.

8.5.2 Ароматические углеводороды (смесь ароматических углеводородов и сернистых соединений) разбивают на четыре группы по условно принятым пределам значений показателя преломления:

8.5.2.1 К I группе ароматических углеводородов относят фракции, полученные после отбора нафтено-парафиновых углеводородов, с показателем преломления от 1,49 до 1,53.

8.5.2.2 Ко II группе ароматических углеводородов относят фракции с показателем преломления от 1,53 до 1,55.

8.5.2.3 К III группе ароматических углеводородов относят фракции с показателем преломления от 1,55 до 1,59.

8.5.2.4 К IV группе ароматических углеводородов относят фракции с показателем преломления от 1,59.

Для отдельных нефтей после отбора фракций с показателем преломления свыше 1,59 наблюдается понижение значения показателя преломления за счет увеличения содержания сернистых соединений. Такие фракции относят к IV группе ароматических углеводородов.

8.5.3 К группе смолистых и сернистых соединений относят фракции, у которых из-за темного цвета не представляется возможным определить показатель преломления.

8.6 Составление смесей из фракций адсорбционного разделения для установления потенциального содержания базовых дистиллятных масел

8.6.1 Определяют в нафтено-парафиновых углеводородах плотность по ГОСТ 3900, показатель преломления, удельную дисперсию, вязкость при температуре 40 °С и 100 °С — по ГОСТ 33, индекс вязкости — по ГОСТ 25371 и температуру застывания — по ГОСТ 20287.

8.6.2 Взвешивают оставшиеся после анализа нафтено-парафиновые углеводороды и добавляют к ним ароматические углеводороды I группы.

Массу ароматических углеводородов I группы a_{I}, г, которую необходимо добавить к нафтено-парафиновым углеводородам, вычисляют по формуле

$$a_{I} = \frac{н \cdot A_{I}}{H}, \quad (5)$$

где $н$ — масса нафтено-парафиновых углеводородов, оставшаяся после анализа, г;

A_{I} — содержание ароматических углеводородов I группы, полученных при адсорбционном разделении исследуемого, продукта, %;

H — содержание нафтено-парафиновых углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

Определяют в полученной смеси показатели, указанные в 8.6.1, и дополнительно коксуемость по ГОСТ 19932.

8.6.3 Взвешивают оставшуюся после анализа смесь нафтено-парафиновых углеводородов и ароматических углеводородов I группы (8.6.2) и добавляют к ней ароматические углеводороды II группы, полученные по 8.5.2.2.

Массу II группы ароматических углеводородов a_{II}, г, которую необходимо добавить к массе смеси ($н + a_{I}$), вычисляют по формуле

$$a_{II} = \frac{(н + a_{I}) \cdot A_{II}}{H + A_{I}}, \quad (6)$$

где $н + a_{I}$ — масса смеси нафтено-парафиновых углеводородов с I группой ароматических углеводородов, оставшейся после анализа, г;

A_{II} — содержание II группы ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %;

$H + A_{I}$ — содержание смеси нафтено-парафиновых углеводородов с I группой ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

Полученную смесь анализируют по показателям, приведенным в 8.6.1.

8.6.4 Взвешивают оставшуюся после анализа смесь и прибавляют к ней ароматические углеводороды III группы, полученные по 8.5.2.3.

Вычисляют массу III группы ароматических углеводородов a_{III}, г, которую надо добавить к смеси ($н + a_{I} + a_{II}$), по формуле

$$a_{III} = \frac{(н + a_{I} + a_{II}) \cdot A_{III}}{H + A_{I} + A_{II}}, \quad (7)$$

где $н + a_{I} + a_{II}$ — масса смеси, оставшаяся после анализа по 8.6.3, г;

A_{III} — содержание III группы ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %;

$H + A_{I} + A_{II}$ — содержание смеси нафтено-парафиновых углеводородов с I и II группами ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

Полученную смесь анализируют по показателям, приведенным в 8.6.1.

8.6.5 Взвешивают оставшуюся после анализа смесь и к ней прибавляют IV группу ароматических углеводородов, полученных по 8.5.2.4.

Массу IV группы ароматических углеводородов a_{IV}, г, которую надо добавить к смеси ($н + a_I + a_{II} + a_{III}$), вычисляют по формуле

$$a_{IV} = \frac{(н + a_I + a_{II} + a_{III}) \cdot A_{IV}}{H + A_I + A_{II} + A_{III}}, \quad (8)$$

где $н + a_I + a_{II} + a_{III}$ — масса смеси, оставшаяся после анализа по 8.6.4, г;

A_{IV} — содержание IV группы ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %;

$H + A_I + A_{II} + A_{III}$ — содержание смеси нафтено-парафиновых с I, II и III группами ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

Полученную смесь анализируют по показателям, приведенным в 8.6.1.

8.7 Составление смесей из фракций адсорбционного разделения для установления потенциального содержания базовых остаточных масел

8.7.1 Смесь нафтено-парафиновых углеводородов и I группы ароматических углеводородов после депарафинизации, полученных по 8.3 (см. рисунки 4, 5), анализируют в соответствии с 8.6.1.

8.7.2 Прибавляют к оставшейся смеси последовательно II, III и IV группы ароматических углеводородов (см. рисунки 4, 5), как указано в. 8.6.3 — 8.6.5, и определяют показатели, приведенные в 8.6.1.

8.7.3 Оставшуюся смесь по 8.7.2 подвергают повторному адсорбционному разделению по 8.4 с целью выделения и анализа группы нафтено-парафиновых углеводородов по 8.6.1 (см. рисунок 4).

9 Обработка результатов

9.1 Записывают результаты испытаний в таблицу и выражают их графически в виде зависимости свойств масел от глубины адсорбционного разделения исследуемого продукта.

Пример записи результатов испытаний приведен в приложении А.

9.2 Общее потенциальное содержание дистиллятных и остаточных базовых масел в нефти рассчитывают по содержанию масел с одинаковым индексом вязкости (ИВ) (ГОСТ 25371), определенному по кривым зависимости ИВ масел от глубины адсорбционного разделения фракций и остатка.

Пример — Из дистиллята, выкипающего при температуре в пределах от 300 °С до 400 °С, получено в пересчете на нефть базового масла с ИВ 85 — 14 %, из дистиллята при температуре от 400 °С до 450 °С — 5,6 %, из дистиллята при температуре от 450 °С до 500 °С — 3,7 %, из остатка при температуре выше 500 °С — 2,7 %. Общее потенциальное содержание базовых дистиллятных и остаточных масел с ИВ 85 составляет 14 + 5,6 + 3,7 + 2,7 = 26 % в пересчете на нефть.

При этом следует учитывать, что масла не должны состоять только из нафтено-парафиновых углеводородов и полностью содержать IV группу ароматических углеводородов.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

9.3 Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать величин, указанных в таблице 3.

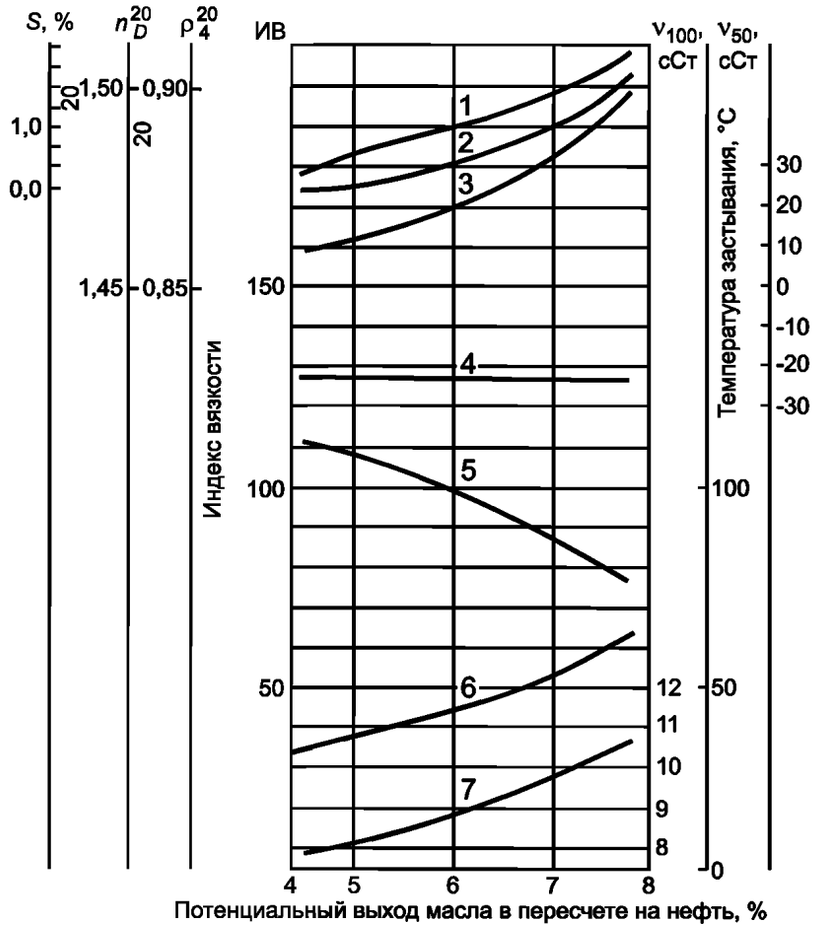
Таблица 3 — Допускаемые расхождения при определении содержания базовых масел

Выход базовых масел (в пересчете на нефть), %	Допускаемое расхождение, %
Не более 2	0,2
От 2 до 5 включ.	0,3
От 5	0,5

Приложение А
(справочное)

Пример записи результатов адсорбционного разделения депарафинированного дистиллята и группы полученных фракций

При адсорбционном разделении депарафинированного дистиллята, выкипающего при температуре в пределах от 450 °С до 500 °С, и анализе отдельных фракций получены данные, указанные на рисунке А.1 и в таблицах А.1, А.2.



1 — содержание серы, %; *2* — показатель преломления n_D^{20}; *3* — плотность при температуре 20 °С; *4* — температура застывания, °С; *5* — индекс вязкости; *6* — кинематическая вязкость при температуре 50 °С; *7* — кинематическая вязкость при температуре 100 °С

Рисунок А.1 — Графики зависимости свойств масел от глубины адсорбционного разделения дистиллята при температуре от 450 °С до 500 °С

Т а б л и ц а А.1 — Содержание фракций и групп углеводородов после адсорбционного разделения депарафинированного дистиллята

Содержание фракции, %		Показатель преломления, n_D^{20}	Дисперсия $(n_F - n_C)\cdot 10^4$	Группа углеводородов	Содержание групп углеводородов в пересчете на дистиллят, %	
отдельной	суммарной				Депарафинированный	Исходный
2,7	2,7	1,4727	—	Нафтено-парафиновые углеводороды	58,5	52,4
20,3	23,0	1,4787	—			
16,8	39,8	1,4794	—			
9,5	49,3	—	—			
5,7	55,0	1,4805	84			
3,1	58,1	1,4815	84			
0,4	58,5	1,4840	85			
0,3	58,8	1,4913	98	I группа ароматических углеводородов	15,1	13,5
2,0	60,8	1,4988	—			
3,8	64,6	1,5017	—			
5,1	69,7	1,5128	—			
1,9	71,6	1,5140	—			
1,4	73,0	1,5175	—			
0,6	73,6	1,5260	—			
0,6	74,2	1,5302	—	II группа ароматических углеводородов	6,7	6,0
3,4	77,6	1,5386	—			
1,7	79,3	1,5390	—			
0,6	79,9	1,5421	—			
0,4	80,3	1,5473	—			
0,2	80,5	1,5540	—	III группа ароматических углеводородов	5,7	5,1
0,8	81,3	1,5560	—			
1,6	82,9	1,5584	—			
1,9	84,8	1,5609	—			
1,1	85,9	1,5773	—			
0,1	86,0	1,5822	—			
0,8	86,8	1,5925	—	IV группа ароматических углеводородов	11,8	10,6
4,6	91,4	1,5936	—			
4,2	95,6	1,5974	—			
1,2	96,8	1,5980	—			
1,0	97,8	1,5990	—			
2,2	100,0	Определить нельзя (темный цвет)	—	Концентрат смолистых и сернистых соединений	2,2	2,0

Таблица А. 2 — Содержание масла после адсорбционного разделения дистиллята

Наименование группы	Содержание масла, %, в пересчете		Плотность относительная ρ_4^{20}	Показатель преломления n_D^{20}	Удельная дисперсия SFC	Кинематическая вязкость, сСт ($м^2/с$), при температуре		Индекс вязкости	Температура застывания, °С	Содержание серы, %
	на дистиллят	на нефть				50 °С	100 °С			
Исходный дистиллят при температуре от 450 °С до 500 °С	100,0	8,7	0,8903	1,4989	—	52,94 ($52,94 \cdot 10^{-6}$)	9,50 ($9,50 \cdot 10^{-6}$)	—	41	1,17
То же, после депарафинизации*	89,6	7,8	0,8982	1,5020	—	63,00 ($63,00 \cdot 10^{-6}$)	10,50 ($10,50 \cdot 10^{-6}$)	76	Минус 24	1,32
Нафтено-парафиновые углеводороды	52,4	4,5	0,8587	1,4735	100	34,71 ($34,71 \cdot 10^{-6}$)	8,02 ($8,02 \cdot 10^{-6}$)	111	Минус 22	0,16
То же + I группа ароматических углеводородов	65,9	5,7	0,8670	1,4785	111	41,54 ($41,54 \cdot 10^{-6}$)	8,59 ($8,59 \cdot 10^{-6}$)	102	Минус 23	0,48
То же + II группа ароматических углеводородов	71,9	6,2	0,8718	1,4823	120	45,55 ($45,55 \cdot 10^{-6}$)	8,94 ($8,94 \cdot 10^{-6}$)	96	Минус 23	0,63
То же + III группа ароматических углеводородов	77,0	6,7	0,8773	1,4855	134	50,40 ($50,40 \cdot 10^{-6}$)	9,48 ($9,48 \cdot 10^{-6}$)	90	Минус 23	0,80
То же + IV группа ароматических углеводородов	87,6	7,6	0,8925	1,4968	200	60,50 ($60,50 \cdot 10^{-6}$)	10,32 ($10,32 \cdot 10^{-6}$)	79	Минус 24	1,10
* Содержание гача 10,4 % в пересчете на дистиллят или 0,9 % — в пересчете на нефть, температура плавления гача — 59 °С.										

Пользуясь графиком на рисунке А.1, находят, что содержание базового дистиллятного масла с кинематической вязкостью при температуре 50 °С 47,00 сСт ($47,00 \cdot 10^{-6}$ $м^2/с$) и индексом вязкости 95 составляет 6,3 % в пересчете на нефть, а с вязкостью 50,40 сСт ($50,40 \cdot 10^{-6}$ $м^2/с$) и индексом вязкости 90 составляет 6,7 % в пересчете на нефть.

Библиография

[1] ТУ 92-887-019—90 Термометры стеклянные для испытания нефтепродуктов. Технические условия

[2] ТУ 6-09-782—76 Метилэтилкетон для хроматографии, х. ч. Технические условия

[3] ТУ 0272-028-00151638—99 Фракция изопентановая. Технические условия

[4] ТУ 6-09-3954—75 Метилнафталин-1 эталонный. Технические условия

[5] ТУ 6-02-1244—83 Эфир петролейный. Технические условия

УДК 665.73:665.632:006.354 МКС 75.040

Ключевые слова: нефть, метод определения потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел

БЗ 6—2018/101

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 06.09.2018. Подписано в печать 18.09.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,52.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru