Группа Б49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПАРАФИНЫ НЕФТЯНЫЕ

Метод определения содержания комплексообразующих углеводородов

Petroleum paraffin. Method for determination of complexing hydrocarbons

ГОСТ 15095—69*

ОКСТУ 0258

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 24 ноября 1969 г. № 1242 срок введения установлен с 01.07.70

Постановлением Госстандарта от 24.06.87 № 2350 срок действия продлен до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные парафины и устанавливает метод определения массовой доли комплексообразующих углеводородов в жидких парафинах, выкипающих в пределах 240—360° С.

Метод заключается в обработке массы парафина кристаллической мочевиной в растворе петролейного эфира при наличии активатора (этилового спирта).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Колба круглодонная КГУ-2 исполнения 1 или 2, вместимостью 500 или 1000 см³ ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка Бюхнера 4 по ГОСТ 9147—80.

Термометр типа ТНЗ-2 по ГОСТ 400—80.

Колба с тубусом исполнения 1, вместимостью 500 или 1000 см³ по ГОСТ 25336—82.

Термостат вакуумный обеспечивающий нагрев до 100° С.

Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева 105—110° С.

Плитка электрическая закрытого типа.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336—82 или любой другой, создающий остаточное давление 13,33—66,65 гПа (10—50 мм рт. ст.).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 1—85).*

gost.e-ecolog.ru

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Цилиндры 1—10 и 1—250 по ГОСТ 1770—74.

Эксикатор 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336—82.

Электромотор, типа РД-09, реверсивного действия, с редукцией 6,52, мощностью 40—50 Вт, обеспечивающий скорость вращения мешалки 100—200 $мин^{-1}$, высота перемешивающей части мешалки 20—30 мм.

Автотрансформатор лабораторный типа ЛАТР-9А.

Ступка фарфоровая 4 или 5 с пестиком 4 или 5 по ГОСТ 9147—80.

Весы лабораторные типа АДВ-200 м или любые другие, обеспечивающие определение массы с погрешностью не более 0,0002 г.

Баня водяная.

Эфир петролейный.

Спирт этиловый ректификованный высшей очистки или 1-го сорта по ГОСТ 5962—67, или ГОСТ 18300—72, или ГОСТ 17299—78.

Мочевина ГОСТ 6991—74, ч. д. а. или ч.

Кальций хлористый плавленый по ТУ 6—09—4711—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Пробу парафина обезвоживают фильтрованием через слой хлористого кальция из расчета 0,2 г хлористого кальция на 1 г парафина. Твердый парафин перед обезвоживанием предварительно расплавляют на водяной бане или электроплитке закрытого типа при температуре не выше 80° С и перемешивают встряхиванием в течение 1—2 мин.

2.2. Мочевину размельчают в фарфоровой ступке и просушивают в сушильном шкафу при 50° С до постоянной массы. Просушенную мочевину можно хранить в эксикаторе в течение 3 суток. Высушивание считают законченным, если расхождения между результатами определения массы не превышают 0,01%. Перед определением массы мочевину охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием до комнатной температуры.

2.3. Круглые бумажные фильтры и фильтровальную бумагу размером приблизительно 30×30 см взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. При испытании жидких парафинов в двугорлую колбу помещают около 15 г парафина, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г (парафин готовят по п. 2.1).

Затем в эту колбу помещают 250 см³ петролейного эфира марки 40—70, 15 см³ этилового спирта и 60 г просушенной мочевины.

3.2. При испытании твердых парафинов в двугорлую колбу помещают около 10 г парафина, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г (парафин готовят по п. 2.1). В теплый расплавленный парафин помещают 200 см³ петролейного эфира марки 70—100, 10 см³ этилового спирта и 60 г просушенной мочевины.

3.3. Смесь в колбе энергично перемешивают механической мешалкой в течение 30 мин при 20—25° С. Рекомендуется мешалка якорного типа с перфорированной пластинкой, которая подвижно соединена с валом мешалки при помощи шпонки, развальцованной с двух сторон. Температуру смеси измеряют при помощи термометра, закрепленного в боковом горле колбы.

При повышении температуры в процессе перемешивания выше 20—25° С смесь охлаждают при помощи водяной бани.

Образовавшийся комплекс парафина с мочевиной отфильтровывают через два бумажных фильтра, предварительно взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, на воронке Бюхнера под вакуумом.

При фильтрации необходимо следить за тем, чтобы комплекс был количественно перенесен из колбы на воронку Бюхнера, следя за тем, чтобы он не попал в фильтрат.

При попадании комплекса в фильтрат опыт повторяют.

Далее комплекс на воронке Бюхнера тщательно промывают охлажденным до 20—25° С петролейным эфиром, марки 40—70 при испытании жидких парафинов и марки 70—100 при испытании твердых парафинов.

Промывку ведут несколькими порциями петролейного эфира по 40—50 см³ до отсутствия масляного пятна на фильтровальной бумаге при смачивании ее 2—3 каплями фильтрата.

При этом первой порцией эфира споласкивают колбу, в которой проводилось комплексообразование.

На промывку комплекса должны расходовать не более 200—250 см³ петролейного эфира.

После окончания фильтрации и промывки комплекс из воронки Бюхнера вместе с фильтрами переносят на фильтровальную бумагу, предварительно взвешенную с точностью до 0,01 г.

Стеклянной палочкой разбивают комочки комплекса и рассыпают его равномерным слоем по поверхности фильтровальной бумаги. Комплекс на фильтровальной бумаге вместе с фильтрами доводят до постоянной массы в вакуумном термостате при температуре 50° С и остаточном давлении не выше 5,32 кПа (40 мм рт. ст.).

Первое взвешивание производят после просушки комплекса в течение 1 ч, повторное взвешивание — после просушки в течение 30 мин. Перед определением массы комплекс вместе с фильтрами и фильтровальной бумагой охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием до комнатной температуры.

Комплекс считают доведенным до постоянной массы, если расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не превышают 0,01 г.

3.1—3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю комплексообразующих углеводородов в парафинах (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m — навеска парафина, г,

m_1 — масса образовавшегося комплекса вместе с фильтрами и фильтровальной бумагой, г,

m_2 — масса мочевины, фильтров и фильтровальной бумаги, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.3. За результаты испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений.

Расхождения между двумя последовательными определениями не должны превышать 1,5%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru