Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 11851—66
	Нефть МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНА Petroleum. Method for the determination of paraffin wax content	Группа А29

Метод определения содержания парафина заключается в обессмоливании анализируемой нефти вакуумной перегонкой с отбором фракции, выкипающей при температуре выше 250° С, и выделении из этой фракции парафина парным растворителем — смесью спирта и эфира при температуре минус 20° С.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефть.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. 1. При определении содержания парафина в нефти применяются следующая аппаратура, реактивы и материалы:

прибор для перегонки спирта, состоящий из: круглодонной короткогорлой колбы типа ККНШ29 вместимостью 1000 *мл* по ГОСТ 10394—63, елочного дефлегматора, холодильника типа II по ГОСТ 9499—60, термометра типа ТН-5 по ГОСТ 400—64, колбы для фильтрования под вакуумом (Бунзена) вместимостью 1000 *мл* по ГОСТ 6514—63, хлоркальциевой трубки по ГОСТ 9964—62, наполненной хлористым кальцием;

аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах по ГОСТ 1594—59;

цилиндры измерительные с носиком вместимостью 50 и 100 *мл* по ГОСТ 1770—64;

прибор для перегонки нефти, состоящий из: круглодонной короткогорлой колбы типа ККНШ29 вместимостью 250 *мл* по ГОСТ 10394—63, насадки для перегонки веществ под вакуумом (Клайзена) типа II № 3 по ГОСТ 9425—60, холодильника типа Iб 150 14,5/14,5 по ГОСТ 9499—60, аллонжа типа IIа 14,5/19 по ГОСТ 9425—60, вакуумного приемника — делительной воронки вместимостью 100 *мл* по ГОСТ 8613—64, термометра типа ТН-7 по ГОСТ 400—64, капилляра, представляющего собой стеклянную трубку длиной 240 *мм*,

Внесен Государственным комитетом нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности при Госплане СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 26/II 1966 г.	Срок введения 1/VII 1966 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

диаметром 6—8 *мм* с оттянутым концом до диаметра 1 *мм*, стеклянной соединительной трубки под резиновую трубку типа Iа или Iб по ГОСТ 9964—62, U-образного мановакуумметра по ГОСТ 9933—61 с верхним пределом измерения 100 *мм рт. ст.*, наполненного ртутью (наполнение ртутью производится по инструкции, разработанной ВНИИ НП) и колбы для фильтрования под вакуумом (Бунзена) вместимостью 500—1000 *мл* по ГОСТ 6514—63;

вакуумный насос типа ВМ-461;

горелка газовая кольцевая или колбонагреватель с электронагревом, регулируемым реостатом; конструкция колбонагревателя должна обеспечивать устойчивое положение защитного кожуха;

кожух защитный разъемный из металлической сетки для защиты колбы при перегонке нефти;

очки защитные;

горелка газовая;

секундомер;

шкаф сушильный с температурой нагрева 105—110° С;

баня охладительная цилиндрической формы высотой около 100 *мм* и внутренним диаметром не менее 250 *мм*; в центре дна бани должно быть отверстие для резиновой пробки, при помощи которой в бане укрепляют фарфоровую воронку Бюхнера по ГОСТ 9147—59 или стеклянную типа Iб или Iв № 5 по ГОСТ 8613—64; снаружи баня должна иметь тепловую изоляцию;

колбы конические (Эрленмейера) вместимостью 100 *мл* по ГОСТ 10394—63;

кристаллизаторы стеклянные (с притертой крышкой) диаметром 45—50 *мм* и высотой около 100 *мм* или стаканы типа ВН вместимостью 100 *мл* по ГОСТ 10394—63;

баня водяная;

пробирки стеклянные типа ПХ-16 по ГОСТ 10515—63;

насос водоструйный;

эксикатор по ГОСТ 6371—64;

термометры типа ТН-5 и ТН-6 по ГОСТ 400—64;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или спирт этиловый ректификованный гидролизный высшей очистки;

медь сернокислая по ГОСТ 4165—48, прокаленная и охлажденная до комнатной температуры;

кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 4161—48;

бензин-растворитель марки БР-1 по ГОСТ 443—56;

смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433—60;

ртуть марок Р1 или Р2 по ГОСТ 4658—49;

охладительные смеси:

вода и лед — для температуры от 0 до 2° С;

соль поваренная и лед мелкоистолченный (или снег) или спирт денатурированный, или спирт-сырец, или бензин-растворитель марки БР-1, или низкозастывающий керосин прямой перегонки

и твердая углекислота (сухой лед) — для температуры от 0 до минус 20° С;

эфир этиловый по ГОСТ 6265—52;

спирто-эфирная смесь, приготовленная из двух частей (по объему) этилового ректификованного спирта крепостью не менее 98,5% и одной части этилового эфира;

фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»;

трубка резиновая толстостенная;

шнур асбестовый;

асбест листовой.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. 1. Обезвоживание этилового спирта

2. 1. 1. Для обезвоживания этилового спирта до крепости не менее 98,5% наливают в склянку 1—2 *л* этилового ректификованного спирта, добавляют к нему 200—300 *г* прокаленной сернокислой меди и оставляют стоять не менее двух суток, периодически взбалтывая содержимое склянки.

2. 1. 2. После отстаивания этиловый спирт сливают декантацией в круглодонную колбу вместимостью 1000 *мл* и перегоняют с елочным дефлегматором в закрытую колбу для фильтрования под вакуумом вместимостью 1000 *мл*, тубус которой соединен с атмосферой через хлоркальциевую трубку, наполненную хлористым кальцием.

2. 2. Обезвоживание анализируемой нефти

2. 2. 1. Нефть обезвоживают при содержании воды более 0,1%. Для обезвоживания берут в колбу аппарата для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах навеску анализируемой нефти 50 *г* с точностью до 0,01 *г* и приливают 50 *мл* бензина-растворителя.

2. 2. 2. Затем собирают аппарат по ГОСТ 2477—65, п. 2. 5 и отгоняют воду из колбы в соответствии с разд. 3 этого стандарта.

Остаток после обезвоживания (т. е. смесь обезвоженной нефти и растворителя) используют для обессмоливания.

2. 3. Сборка прибора для перегонки (обессмоливания) нефти

2. 3. 1. Перед началом испытания тщательно осматривают прибор для перегонки нефти; на стекле не должно быть трещин и глубоких царапин, прибор должен быть чистым и сухим. Шлифы прибора смазывают смазкой ЦИАТИМ-221.

Горло круглодонной колбы и насадку Клайзена, кроме отводной трубки, обматывают асбестовым шнуром.

2. 3. 2. Если анализируемая нефть предварительно не обезвоживалась, то в круглодонную колбу прибора для перегонки берут навеску нефти в 100 *г*, взвешенную с точностью 0,01 *г*, а если обезвоживалась, то в круглодонную колбу тщательно переливают смесь обезвоженной нефти и растворителя из колбы аппарата для количе-

ственного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах.

Колбу устанавливают на металлическое кольцо диаметром 75 *мм* с тремя выступами по внутреннему диаметру, изолированными асбестовой прокладкой (в случае применения кольцевой газовой горелки). При применении колбонагревателя с электронагревом с открытой спиралью колбу устанавливают на асбестовую прокладку.

Затем присоединяют к колбе насадку Клайзена, в горло которой вставляют капилляр, а в боковое горло — термометр. К отводной трубе насадки Клайзена присоединяют холодильник, который соединяют с аллонжем. Керн аллонжа соединяют с вакуумным приемником, а отводную трубку аллонжа соединяют при помощи стеклянной соединительной трубки и толстостенной резиновой трубки с мановакуумметром и с колбой для фильтрования под вакуумом вместимостью 500 *мл*. Тубус колбы для фильтрования под вакуумом соединяют с вакуумным насосом.

2. 3. 3. После сборки прибора для перегонки нефти устанавливают защитный кожух для колбы, надевают защитные очки и проверяют герметичность собранного прибора, включив вакуумный насос; при этом остаточное давление в системе не должно быть более 2 *мм рт. ст.*

2. 4. Подготовка охладительной бани

2. 4. 1. В бане укрепляют воронку Бюхнера или стеклянную воронку и помещают в баню примерно на $^2/_3$ ее объема охладительную смесь для температуры от 0 до минус 20° С.

Для приготовления охладительной смеси с твердой углекислотой в баню до $^2/_3$ ее высоты наливают спирт или бензин-растворитель, или керосин и добавляют маленькими порциями при перемешивании кусочки углекислоты. По мере понижения температуры размер порций углекислоты постепенно увеличивают, следя за тем, чтобы при добавлении очередной порции не было выбросов и разбрызгивания жидкости. После прекращения интенсивного газовыделения в сосуд осторожно доливают до необходимой высоты спирт или другую жидкость, указанную выше.

При приготовлении охладительной смеси со льдом (или снегом) берут мелкоистолченный лед и поваренную соль в соотношении 3 : 1.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3. 1. Перегонка (обессмоливание) нефти

3. 1. 1. Сначала перегоняют нефть при атмосферном давлении. Для этого пускают в холодильник воду, зажигают кольцевую газовую горелку или включают электронагрев колбонагревателя и нагревают колбу так, чтобы с начала нагрева до падения первой капли в приемник прошло 5—7 *мин*, а далее перегонку ведут так, чтобы в приемник падала одна капля в секунду.

3. 1. 2. По достижении показания термометра 250° С сливают отобранную фракцию через кран в приемнике, затем закрывают кран, через который подается вода в холодильник, и продолжают перегонку при атмосферном давлении до 300° С, после чего прекращают нагрев колбы.

Фракцию нефти, выкипающую при температуре в пределах 250—300° С, сливают через кран в приемнике в предварительно взвешенную с точностью до 0,01 *г* колбу Эрленмейера вместимостью 100 *мл*.

3. 1. 3. После охлаждения остатка нефти в колбе примерно до 100° С включают вакуумный насос, устанавливают в системе постоянное остаточное давление в пределах 1—2 *мм рт. ст.* и по номограмме, приложенной к ГОСТ 10120—62, вычисляют температуру при установленном остаточном давлении, соответствующую температуре 550° С при нормальном давлении 760 *мм рт. ст.* Через капилляр пропускают воздух для перемешивания нефти, регулируя подачу его так, чтобы можно было подсчитать пузырьки воздуха, проходящие через нефть.

Нагрев колбы с остатком нефти регулируют так, чтобы с начала нагрева при вакуумной перегонке до падения первой капли в приемник прошло 5—10 *мин*, а далее перегонку ведут так, чтобы в приемник падала одна капля в 1 *сек*.

Перегонку ведут до 550° С в пересчете на температуру при нормальном давлении 760 *мм рт. ст.* или до конца кипения, т. е. до начала падения температуры в боковом горле насадки Клайзена раньше достижения температуры 550° С, после чего прекращают нагрев колбы. Затем пламенем обычной газовой горелки прогревают отводную трубку насадки Клайзена, холодильник и аллонж для перевода закристаллизовавшегося парафина в вакуумный приемник.

3. 1. 4. После небольшого охлаждения прибора для перегонки останавливают вакуумный насос и постепенно устанавливают в системе атмосферное давление.

Затем в колбу Эрленмейера, в которой находится фракция нефти, выкипающая при температуре 250—300° С, тщательно сливают фракцию, выкипающую при температуре выше 300° С. Если во фракции нефти, выкипающей при температуре выше 300° С, наблюдаются кристаллы парафина, приемник с этой фракцией нагревают в сушильном шкафу до полного растворения парафина.

Колбу Эрленмейера с общей фракцией нефти, выкипающей при температуре выше 250° С, взвешивают с точностью до 0,01 *г* и определяют вес этой фракции.

3. 2. Выделение парафина из обессмоленной фракции нефти

3. 2. 1. В трех кристаллизаторах, предварительно доведенных до постоянного веса выдерживанием в сушильном шкафу при температуре 105 ± 1° С, взвешивают с точностью до 0,0002 *г* части обессмоленной фракции нефти, выкипающей при температуре выше 250° С, в следующем количестве каждую: 3—3,5 *г* — при содержании

парафина в анализируемой нефти до 3% и 1,5—3 *г* — при содержании парафина более 3%. Если указанная фракция нефти застыла, ее перед взятием навесок нагревают до расплавления парафина.

3. 2. 2. В каждый кристаллизатор с навеской анализируемой фракции приливают 17 *мл* этилового эфира. Если навеска анализируемой фракции нефти неполностью растворяется в этиловом эфире при комнатной температуре, то кристаллизатор закрывают стеклянной крышкой и слегка подогревают на водяной бане, нагретой до температуры не выше 35° С, до полного растворения навески, наблюдая чтобы не испарялся эфир.

Если навеска анализируемой фракции нефти застынет в кристаллизаторе, то ее нагревают в сушильном шкафу до расплавления, а затем приливают 17 *мл* этилового эфира и проводят анализ так, как указано выше.

3. 2. 3. К эфирному раствору фракции нефти приливают 33 *мл* этилового спирта крепостью не менее 98,5% и смесь слегка перемешивают, вращая кристаллизатор круговым движением. При этом выпадают белые кристаллы парафина.

В том случае, если при комнатной температуре кристаллы парафина не выпадают, кристаллизатор с раствором ставят в охладительную смесь, имеющую температуру 2—0° С, и периодически вынимают его, осторожно перемешивая раствор круговым вращением кристаллизатора до образования кристаллов.

3. 2. 4. Затем устанавливают кристаллизатор с раствором и выпавшим парафином в баню, охлажденную до 0° С, после чего снижают температуру в бане до минус 20° С и выдерживают при этой температуре в течение 1 *ч*.

Одновременно в другом кристаллизаторе охлаждают до минус 20° С спирто-эфирную смесь, предназначенную для промывки выделенного парафина от масла, и в пробирке 10 *мл* этой же смеси для смачивания фильтра.

При содержании в нефти до 5% парафина в кристаллизатор для промывки парафина от масла следует брать 40 *мл* спирто-эфирной смеси, а при содержании более 5% — для промывки следует брать 50 *мл* этой смеси.

3. 2. 5. Сточную трубку воронки, находящейся в охладительной бане, соединяют при помощи резиновой пробки с колбой для фильтрования под вакуумом, тубус которой соединяют с водоструйным насосом.

Воронку протирают внутри мягкой тканью и вставляют в нее бумажный фильтр марки «синяя лента».

3. 2. 6. Включают водоструйный насос и пропускают через фильтр 5—10 *мл* охлажденного растворителя. Затем на фильтр переносят парафин из кристаллизатора в 3—4 приема, каждый раз отсасывая растворитель водоструйным насосом; при этом подачу воды в насос регулируют так, чтобы растворитель стекал тонкой

струйкой, избегая разрыва фильтра и образования трещин в кристаллической массе.

Затем кристаллизатор и парафин на фильтре промывают охлажденным растворителем в три приема. Каждую последующую порцию растворителя наливают на парафин на фильтре только после того, как профильтруется полностью предыдущая порция. Последнюю порцию растворителя отсасывают очень тщательно до появления трещин в слое парафина.

3. 2. 7. После тщательной промывки фильтр с парафином вынимают из воронки, развертывают его и кристаллы парафина осторожно при помощи медицинского скальпеля или перочинного ножа переносят количественно в кристаллизатор, в котором проводилась депарафинизация.

На внутренней стенке воронки, в которой проводилось отфильтрование парафина, не должно быть белого налета. В случае наличия белого налета на воронке опыт по выделению парафина повторяют.

Если парафин плохо отстает от фильтра, то его количественно перемещают в кристаллизатор, в котором проводилась депарафинизация, путем смывания теплым бензолом, который затем отгоняют на водяной бане.

Полученный парафин должен быть белого цвета, возможно с сероватым оттенком, но не должен быть желтым или иметь отдельные вкрапления желтого цвета.

3. 2. 8. Кристаллизатор с парафином протирают с наружной стороны мягкой тканью, ставят в сушильный шкаф, нагретый до 105 ± 2° С, и выдерживают при этой температуре в течение 30—60 *мин* до полного удаления растворителя. Полученный после просушки расплавленный парафин по внешнему виду должен представлять собой однородную прозрачную жидкость.

3. 2. 9. Кристаллизатор с просушенным парафином переносят из сушильного шкафа в эксикатор, в котором выдерживают в течение 50 *мин*, после чего взвешивают кристаллизатор с точностью до 0,0002 *г*.

3. 2. 10. Для оценки качества полученного парафина определяют температуру его затвердевания вращающимся термометром типа ТН-5. Шарик термометра погружают в расплавленный парафин, нагретый до температуры 60—70° С, и, вынув термометр, дают охладиться капле парафина на шарике термометра, непрерывно вращая последний в лежащей колбе Эрленмейера. Температуру, при которой затвердевает капля парафина на шарике термометра, принимают за температуру затвердевания парафина.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

4. 1. Содержание парафина в анализируемой нефти (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G_{\text{п}} G_2}{G_1 G_3} \cdot 100.$$

где:

$G_п$ — вес парафина, выделенного из обессмоленной фракции нефти, в *г*;

G_1 — навеска нефти, взятая для перегонки (обессмоливания), в *г*;

G_2 — вес обессмоленной фракции нефти, выкипающей при температуре выше 250° С, в *г*;

G_3 — навеска обессмоленной нефти, взятая для выделения парафина, в *г*.

4. 2. В случае анализа обводненной нефти содержание парафина в обезвоженной нефти (X_o) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_o = \frac{X \cdot 100}{100 - W},$$

где:

X — содержание парафина в анализируемой нефти в %;

W — содержание воды в анализируемой нефти в %.

4. 3. Допускаемые расхождения для параллельных определений.

4. 3. 1. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание парафина в нефти в %	Допускаемые расхождения
До 2	0,2% от навески
Более 2	10% от величины меньшего результата

Замена

ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.

gost.e-ecolog.ru