

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПАРАФИНЫ НЕФТЯНЫЕ ЖИДКИЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ГОСТ 27808—88

Издание официальное

БЗ 7—88/517

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.41.001.4:006.354 Группа Б49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПАРАФИНЫ НЕФТЯНЫЕ ЖИДКИЕ

Определение ароматических углеводородов спектрофотометрическим методом

Liquid petroleum paraffins.
Determination of aromatic hydrocarbons
by spectrophotometric method

ГОСТ
27808—88

ОК СТУ 0255

Срок действия с 01.07.89
до 01.07.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения содержания ароматических углеводородов 0,005—5,0% в жидких парафинах (фракция 190—365°С), полученных на установках карбамидной депарафинизации и адсорбционного выделения на цеолитах.

Сущность метода заключается в измерении оптической плотности жидких парафинов или их растворов на волне 270 нм и вычислении массовой доли ароматических углеводородов по коэффициентам погашения индивидуальных углеводородов.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Спектрофотометр типа СФ или аналогичный с основной погрешностью измерения не более 0,1 нм при длине волны до 300 нм.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Весы лабораторные типа ВЛР-200 или аналогичные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г.

Колонка адсорбционная стеклянная длиной (1500±20) мм и диаметром (20±5) мм, с оттянутым нижним концом. Верхняя часть колонки имеет резервуар для жидкости в форме шара диаметром (70±5) мм. Резервуар закрывается стеклянной пробкой с краном.

Пипетки по ГОСТ 20292—74.

Чашка фарфоровая выпарительная 5 по ГОСТ 9147—80.

Эксикатор 2—180 или 2—320 по ГОСТ 25336—82.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1988

Воронка В-36—50 или В-36—80 ХС по ГОСТ 25336—82.
Колбы мерные по ГОСТ 1770—74.
Стаканчик СВ-14/8 или СВ-19/9 по ГОСТ 25336—82.
Колба Кн-2—500 ТХС по ГОСТ 25336—82.
Силикагель марки АСК по ГОСТ 3956—76 или цеолиты NaX.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.
Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (200±10)°С.
Растворители: изооктан эталонный по ГОСТ 12433—83 или гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828—83.
Дурол (1,2,4,5-тетраметилбензол) квалификации х.ч. или ч.
2-метилнафталин квалификации ч.
Сухой сжатый воздух.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. **Подготовка аппаратуры**

2.1.1. Настраивают спектрофотометр в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору.

2.1.2. Кварцевые кюветы тщательно моют растворителем, затем сушат внутри сухим воздухом и протирают снаружи чистой сухой тканью, не допуская на рабочих поверхностях кюветы следов ткани, отпечатков пальцев и других загрязнений. Одна из кювет всегда используется только для сравнения (контрольная кювета).

2.1.3. Ширину щели подбирают при пропускании лучей спектрофотометра через пустую кювету так, чтобы щель была наиболее узкой, но допускающей измерение при работе на спектрофотометрах для длины волны 270 нм. Ширина щели рекомендуется 0,2—0,4 мм.

2.2. **Очистка растворителя**

2.2.1. Силикагель насыпают в фарфоровую чашку и сушат его в сушильном шкафу при температуре (200±10)°С в течение 6 ч. Затем силикагель охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и пересыпают в колбу. Колбу плотно закрывают резиновой пробкой.

2.2.2. Цилиндрическую часть адсорбционной колонки заполняют высушенным силикагелем, уплотняя постукиванием палочкой со всех сторон, пока не прекратится усадка адсорбента. Шарообразный резервуар колонки заполняют растворителем и пропускают его через слой силикагеля со скоростью 5—6 $см^3$/мин, регулируя скорость с помощью крана стеклянной пробки. Очистку растворителя контролируют по поглощению света на длине волны 270 нм, применяя в качестве эталона сравнения пустую кювету. Оптическая плотность растворителя с учетом поправки на поглощение кювет не должна превышать 0,05. При большей оптической плотности растворителя силикагель в колонке необходимо заменить

свежей порцией. Очищенный растворитель хранят в закрытой склянке в темном прохладном месте в течение одного года и проверяют его чистоту один раз в 6 месяцев.

2.2.3. В кюветное отделение прибора устанавливают две пустые кюветы и поглощение света одной (рабочей) кюветы измеряется по отношению к другой (контрольной). Разность их является поправкой на поглощение кювет.

2.3. **Градуировка прибора**

2.3.1. Приготовление растворов индивидуальных углеводородов

2.3.1.1. Готовят два раствора дурола примерно одинаковой концентрации. Для этого массу дурола около 0,01 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0005 г, помещают в мерную колбу на 100 см^3 и доводят очищенным растворителем до метки.

2.3.1.2. Готовят два раствора 2-метилнафталина примерно одинаковой концентрации. Для этого массу 2-метилнафталина около 0,004 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0005 г, помещают в мерную колбу на 200 см^3 и доводят очищенным растворителем до метки.

2.3.2. Концентрацию (C) каждого индивидуального углеводорода в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

где m — масса дурола или 2-метилнафталина, г;

V — объем раствора дурола или 2-метилнафталина, дм^3.

2.3.3. Определение коэффициентов погашения индивидуальных углеводородов

2.3.3.1. Измеряют оптическую плотность приготовленных растворов индивидуальных углеводородов на длине волны 270 нм, применяя для сравнения кювету, заполненную очищенным растворителем.

2.3.3.2. Коэффициент погашения (K) каждого индивидуального углеводорода в дм$^3 \cdot$ г$^{-1} \cdot$ см$^{-1}$ вычисляют по формуле

$$K = \frac{D}{C \cdot d \cdot \lg e},$$

где D — оптическая плотность раствора дурола или 2-метилнафталина (с учетом поправки на поглощение кювет);

C — концентрация раствора дурола или 2-метилнафталина, г/дм^3;

d — толщина поглощающего слоя кюветы;

$\lg e = 0{,}43$.

Полученные значения коэффициентов погашения растворов округляют до первого десятичного знака.

2.3.3.3. За коэффициент погашения индивидуального углеводорода принимают среднее арифметическое коэффициентов погашения, полученных по двум растворам дурола и двум растворам 2-метилнафталина. При этом расхождение между коэффициентами погашения растворов индивидуальных углеводородов не должно превышать 10% от среднего арифметического результата. Коэффициент погашения для раствора дурола должен быть 7—12, для 2-метилнафталина — 60—80 $дм^3 \cdot г^{-1} \cdot см^{-1}$.

2.3.3.4. Усредненный коэффициент погашения ($K_{ср}$) вычисляют по формуле

$$K_{ср}=0{,}8 \cdot K_д + 0{,}2 \cdot K_{мн},$$

где $K_д$ — коэффициент погашения раствора дурола, $дм^3 \cdot г^{-1} \cdot см^{-1}$;

$K_{мн}$ — коэффициент погашения раствора 2-метилнафталина, $дм^3 \cdot г^{-1} \cdot см^{-1}$.

2.3.4. Градуируют прибор один раз в 3 месяца.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Перед испытанием пробу парафина фильтруют через бумажный фильтр.

3.2. **Определение оптической плотности парафинов с установок адсорбционного выделения, прошедших очистку**

3.2.1. В рабочую кювету, подготовленную по п. 2.1.2, помещают профильтрованный парафин и измеряют его оптическую плотность, применяя для сравнения пустую кювету.

3.2.2. Если оптическая плотность более 0,8, пробу парафина необходимо разбавить. Для этого в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 4 $см^3$ парафина, отобранного пипеткой, которую затем промывают растворителем, сливая в ту же колбу, и доводят растворителем до метки. Кратность разбавления 2,5 раза. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Разбавление пробы парафина допускается в колбах вместимостью 25 $см^3$.

3.2.3. Оптическую плотность разбавленного раствора парафина определяют в рабочей кювете, применяя для сравнения кювету с растворителем.

3.3. **Определение оптической плотности парафинов с установок карбамидной депарафинизации, прошедших и не прошедших очистку, и с установок адсорбционного выделения, не прошедших очистку**

3.3.1. Оптическую плотность указанных парафинов определяют только с разбавлением. Для этого пипеткой отбирают 1 $см^3$ профильтрованного парафина и помещают в мерную колбу вмести-

мостью 10 см³, промывая несколько раз пипетку растворителем, и, сливая в ту же колбу, доводят растворителем до метки (раствор А).

Оптическая плотность разбавленного раствора парафина, определяемая по п. 3.2.3, должна быть 0,2—0,8.

3.3.2. Если оптическая плотность более 0,8, проводят дальнейшее разбавление. Для этого пипеткой отбирают 1 см³ раствора парафина (раствор А) и помещают в мерную колбу вместимостью 10 см³, также промывая растворителем пипетку, и доводят растворителем до метки (раствор Б).

Если оптическая плотность раствора Б более 0,8, то аналогично проводят дальнейшее разбавление получаемого раствора. Раствор разбавляют до тех пор, пока оптическая плотность анализируемого раствора парафина не будет 0,2—0,8.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X=\frac{D\cdot n}{\rho\cdot K\cdot d\cdot \lg e}\cdot 100,$$

где D — оптическая плотность парафина или его раствора (с учетом поправки на поглощение кювет);

n — кратность разбавления (для неразбавленных парафинов $n=1$);

ρ — плотность парафина, определяемая по ГОСТ 3900—85, г/дм³;

K — коэффициент погашения: $K_д$ — для парафинов, определяемых по п. 3.2, $K_{ср}$ — для парафинов, определяемых по п. 3.3, дм³ · г$^{-1}$ · см$^{-1}$;

d — толщина поглощающего слоя кюветы, см;

$\lg e = 0{,}43$

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленных до двух значащих цифр.

4.3. Примеры определения и вычисления массовой доли ароматических углеводородов в жидких парафинах приведены в приложении.

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными с 95%-ной доверительной вероятностью,

если отношение разности между ними к среднему арифметическому результату не превышает значений, указанных в таблице.

5.2. **Воспроизводимость**

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными с 95%-ной доверительной вероятностью, если отношение разности между ними к среднему арифметическому результату не превышает значений, указанных в таблице.

Массовая доля ароматических углеводородов в парафинах, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
От 0,005 до 0,010	11,0	37,0
Св. 0,010 » 0,050	11,0	37,0
» 0,050 » 0,10	11,0	37,0
» 0,10 » 0,50	11,0	39,0
» 0,50 » 0,70	11,0	40,0
» 0,70 » 1,0	11,0	41,0
» 1,0 » 3,0	10,0	51,0
» 3,0 » 5,0	9,0	61,0

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ПРИМЕРЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ В ЖИДКИХ ПАРАФИНАХ

Пример 1. Определение ароматических углеводородов в парафинах с установок адсорбционного выделения, прошедших очистку

Плотность парафина 760 г/дм^3.

Коэффициент погашения дурола 10,9 дм$^3 \cdot$ г$^{-1} \cdot$ см$^{-1}$.

Толщина поглощающего свет слоя 1 см.

1.1. Оптическая плотность неразбавленного очищенного парафина 0,24. Вычисляют массовую долю ароматических углеводородов

$$X = \frac{0{,}24}{10{,}9 \cdot 760 \cdot 1 \cdot 0{,}43} \cdot 100 = 0{,}0067\,\%.$$

Результат второго определения 0,0073%.

Среднее квадратическое двух определений

$$(0{,}0073 + 0{,}0067) : 2 = 0{,}007\,\%.$$

Сходимость в относительных процентах составляет

$$(0{,}0073 — 0{,}0067) : 0{,}007 \cdot 100 = 8{,}6\,\%.$$

Полученный результат является достоверным (см. таблицу настоящего стандарта), так как не превышает 11% для данного содержания ароматических углеводородов в парафине.

1.2. Оптическая плотность неразбавленного очищенного парафина превышает 0,8.

Пробу парафина разбавляют по п. 3.2.2 настоящего стандарта.

Кратность разбавления раствора 2,5 раза.

Оптическая плотность разбавленного раствора 0,40.

Вычисляют массовую долю ароматических углеводородов

$$X = \frac{0{,}40 \cdot 100 \cdot 2{,}5}{1 \cdot 760 \cdot 10{,}9 \cdot 0{,}43} = 0{,}028\,\%.$$

Результат второго определения 0,026%.

Среднее арифметическое двух определений

$$(0{,}028 + 0{,}026) : 2 = 0{,}027\,\%.$$

Сходимость в относительных процентах составляет

$$(0{,}028 — 0{,}026) : 0{,}027 \cdot 100 = 7\,\%.$$

Полученный результат является достоверным (см. таблицу настоящего стандарта), так как не превышает 11% для данного содержания ароматических углеводородов.

Пример 2. Определение ароматических углеводородов в парафинах с установки карбамидной депарафинизации

Для определения оптической плотности готовят раствор А по п. 3.3.1. Оптическая плотность полученного раствора превышает 0,8. Разбавление проводят дальше, приготавливая раствор Б. При этом кратность разбавления полученного раствора $10 \cdot 10 = 100$. Оптическая плотность этого раствора 0,46.

Коэффициент погашения по дуролу $K_д = 10{,}9$ дм$^3 \cdot$ г$^{-1} \cdot$ с$^{-1}$, коэффициент погашения по 2-метилнафталину $K_{мн} = 72{,}7$ дм$^3 \cdot$ г$^{-1} \cdot$ см$^{-1}$.

Определяем усредненный коэффициент погашения по п. 2.3.3.4.

$$K = 0{,}8 \cdot 10{,}9 + 0{,}2 \cdot 72{,}7 = 23{,}3 \text{ дм}^3 \cdot \text{г}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}.$$

Плотность парафина 760 г/дм^3, толщина поглощающего свет слоя кюветы 1 см.

Вычисляют массовую долю ароматических углеводородов в парафине

$$X = \frac{0{,}46 \cdot 100 \cdot 100}{760 \cdot 23{,}3 \cdot 0{,}43 \cdot 1} = 0{,}60\%.$$

Результат второго определения 0,62%.

Среднее арифметическое двух определений

$$(0{,}60 + 0{,}62) : 2 = 0{,}61\%.$$

Сходимость в относительных процентах составляет

$$(0{,}62 - 0{,}60) : 0{,}61 \cdot 100 = 3{,}3\%.$$

Полученный результат является достоверным (см. таблицу настоящего стандарта), так как не превышает 11% для данного содержания ароматических углеводородов.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. И. Липерт, канд. техн. наук; **В. С. Фадеев,** канд. техн. наук (руководитель темы); **В. Г. Шумовский,** канд. техн. наук; **Н. С. Штейнгардт,** канд. техн. наук; **Е. А. Шклярук**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.88 № 3015

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 3900—85	4.1
ГОСТ 3956—76	1.1
ГОСТ 9147—80	1.1
ГОСТ 12026—76	1.1
ГОСТ 12433—83	1.1
ГОСТ 20292—74	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 25828—83	1.1

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 08.09.88 Подп. к печ. 27.10.88 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,52 уч.-изд. л. экз. Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2826