Группа Б49

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

ГОСТ 12329—77

Взамен ГОСТ 12329—66

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 сентября 1977 г. № 2309 дата введения установлена

01.07.78

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт устанавливает метод определения анилиновой точки нефтепродуктов и углеводородных растворителей с началом кипения выше комнатной температуры, анилиновая точка которых ниже температуры начала кипения и выше температуры застывания смеси (анилин-проба), а также метод определения ароматических углеводородов.

Анилиновая точка — минимальная температура, при которой равные объемы анилина и испытуемого продукта полностью смешиваются при нормальных условиях.

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.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4535—84 (метод А) и международному стандарту ИСО 2977—74 (метод 1) в части определения анилиновой точки.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Прибор, состоящий из пробирки, изготовленной из термостойкого стекла, диаметром (25 ± 1) мм, толщиной стенки (1,2 ± 0,2) мм и высотой (150 ± 3) мм, вставленной на корковой пробке в пробирку-муфту из термостойкого стекла внешним диаметром от 37 до 42 мм, толщиной стенки (1,8 ± 0,4) мм и высотой (175 ± 3) мм; внутренняя пробирка закрывается корковой пробкой со вставленным в нее термометром и мешалкой (чертеж).

Мешалка из мягкой стальной проволоки диаметром 2 мм, имеющая на нижнем конце концентрическое кольцо диаметром 19 мм; верхний конец отогнут под прямым углом и имеет длину около 55 мм, длина мешалки (200 ± 3) мм. При автоматическом перемешивании применяют мешалку, выполненную в виде стержня длиной не более 450 мм. В качестве направляющего устройства для мешалки используется стеклянная трубка длиной около 65 мм и внутренним диаметром 3 мм.

Колонка адсорбционная, представляющая собой стеклянную трубку диаметром около 10 мм, высотой около 700 мм, суженную в нижней части, диаметр суженной части 1,5—2,0 мм, высота (40 ± 2) мм, в верхней части колонки имеется расширение для загрузки силикагеля, диаметром (25 ± 2) мм, высотой (90 ± 3) мм.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., мае 1985 г. (ИУС 11—81, 10—85).

gost.e-ecolog.ru

Термометр ТН 5 или ТИН7—2, ТИН7—3, ТИН7—4 по ГОСТ 400—80.

Цилиндры 1—25 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 2—1—10, 3—1—10 или 6—1—5, 7—1—5 по НТД.

Пробирки П2—10—90 ХС по ГОСТ 25336—82.

Чашки фарфоровые 6, 7 или 8 по ГОСТ 9147—80.

Колба КН-2—500 или КН-2 —100 по ГОСТ 25336—82.

Стакан В-1—600, В-2—600, В-1—1000, В-2—1000 ТХС по ГОСТ 25336—82, применяемый в качестве бани.

Рефрактометр типа Аббе или любой другой, обеспечивающий такую же точность измерения.

Шкаф сушильный или термостат, обеспечивающий нагрев до 200 °С.

Анилин свежеперегнанный по ГОСТ 5819—78 ч.д.а. или ч.

Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828—83 с октановым числом $0 \pm 0{,}2$.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76 или кальций сернокислый безводный.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч. или ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Формалин технический по ГОСТ 1625—89, 40 %-ный водный раствор.

Силикагель технический по ГОСТ 3956—76, марки АСКГ.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Вата стеклянная по ГОСТ 10727—91.

Весы технические любого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более 0,01 г.

Баня для охлаждения воздушная или заполненная прозрачной жидкостью (технический ректификованный этиловый спирт и твердая углекислота).

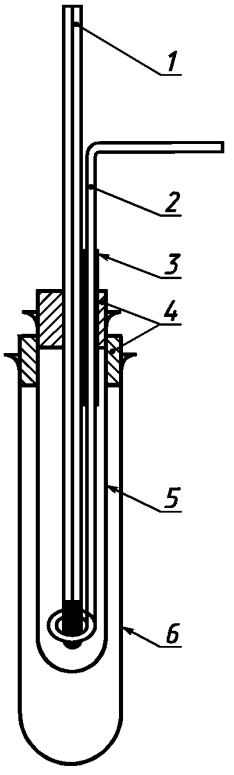
Баня для подогрева, заполненная силиконовой жидкостью или любым светлым прозрачным теплоносителем с температурой вспышки не ниже 150 °С.

Баню не допускается заполнять водой, так как анилин гидроскопичен, что приводит к искажению результатов. Допускается применять инфракрасную лампу мощностью от 250 до 375 Вт с регулировкой подогрева.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Воронка фильтровальная ВФ-1 по ГОСТ 25336—82.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**



1 — термометр; *2* — гибкая проволочная мешалка; *3* — стеклянная трубка; *4* — пробки; *5* — пробирка; *6* — рубашка

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1а. Отбор проб проводят по ГОСТ 2517—85.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.1. Анилин сушат не менее 12 ч над гидроокисью калия или гидроокисью натрия, декантируют и затем перегоняют. Первые и последние 10 % дистиллята отбрасывают. Очищенный анилин при испытании с нормальным эталонным гептаном должен иметь анилиновую точку (69,3 ± 0,2) °С. При несоответствии анилиновой точки указанному значению очистку анилина повторяют. Расхождение между двумя последовательными определениями не должно превышать 0,1 °С.

Анилин, подготовленный к испытанию, хранят в бутылке из темного стекла не более 24 ч. Допускается хранить подготовленный анилин в ампулах под вакуумом или в атмосфере азота в холодном и темном месте не более 6 мес.

Анилин берут в пипетку только при помощи резиновой груши.

При работе с анилином необходимо соблюдать правила техники безопасности и применять защитные перчатки и очки.

Все работы с анилином необходимо вести в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Свежий силикагель выдерживают в сушильном шкафу при 150 °С—160 °С в течение 8 ч. Горячий силикагель переносят в нагретую колбу, которую немедленно плотно закрывают и охлаждают до комнатной температуры.

2.3. В нижнюю часть адсорбционной колонки помещают стеклянную вату и небольшими порциями насыпают 18—20 г силикагеля, уплотняя его постукиванием по стенке колонки. Уровень силикагеля должен быть на 20—25 мм ниже расширенной части колонки. Колонку укрепляют в штативе в вертикальном положении.

2.4. Пробу нефтепродукта или растворителя предварительно высушивают, энергично встряхивая ее в течение 5 мин с безводным сульфатом кальция или безводным сульфатом натрия в количестве 10 % от объема пробы. Удаляют суспендированный осушитель центрифугированием или фильтрацией.

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

Если в продукте содержится эмульгированная вода, ее удаляют центрифугированием.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

2.6. Деароматизированный нефтепродукт или растворитель собирают 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 к 1—2 каплям деароматизированного нефтепродукта или растворителя добавляют 1 $см^3$ 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.

Отсутствие в нефтепродукте или растворителе ароматических углеводородов может быть так же проверено 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.

Отбор нефтепродукта или растворителя из адсорбционной колонки прекращают при обнаружении в очередной порции нефтепродукта или растворителя ароматических углеводородов. Порции нефтепродукта или растворителя, не содержащие ароматических углеводородов, смешивают.

2.7. Деароматизацию растворителей, выкипающих в пределах 180 °С—240 °С, проводят по ГОСТ 27808—88, применяя 98,5—99 %-ную серную кислоту, приготовленную по ГОСТ 6994—74, разд. 2.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Определение анилиновой точки нормального эталонного гептана, исходного и деароматизированного нефтепродукта или растворителя.

Для определения анилиновой точки во внутреннюю пробирку прибора наливают пипеткой равные объемы анилина и пробы (нормального эталонного гептана, исходного или деароматизированного нефтепродукта или растворителя): при проведении серийных испытаний — по 3 $см^3$, при разногласиях в оценке качества продукции — по 10 $см^3$.

Пробу высоковязких нефтепродуктов взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Массу определяют при комнатной температуре, значение плотности определяют по ГОСТ 3900—85. Пробирку закрывают пробкой со вставленными в нее термометром и мешалкой и помещают в пробирку-муфту. Метка погружения термометра должна совпадать с уровнем жидкости в пробирке, ртутный шарик не должен касаться стенки пробирки и должен находиться на линии раздела нефтепродукта или растворителя и анилина. Прибор помещают в силиконовую баню. Баню нагревают со скоростью 1—3 °С/мин, перемешивая при этом силиконовую жидкость мешалкой.

Во время нагрева бани содержимое пробирки быстро перемешивают до полного смешения исследуемого продукта с анилином при длине хода мешалки 13 мм, не допуская разбрызгивания и образования воздушных пузырьков.

После того, как раствор в пробирке станет совершенно однородным и прозрачным, нагрев бани прекращают и, продолжая перемешивание раствора, охлаждают его со скоростью от 0,5 до

1,0 °С/мин, наблюдая при этом за появлением мути. В момент образования равномерной мути, резко распространяющейся на всю массу жидкости и скрывающей ртутный шарик термометра, отмечают с точностью до 0,1 °С температуру — анилиновую точку испытуемого продукта.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. За анилиновую точку принимают среднюю температуру трех определений с учетом поправки на погрешность калибровки термометра, округляемой до 0,05 °С.

4.2. Массовую долю ароматических углеводородов в нефтепродукте или растворителе (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где T_1 — анилиновая точка деароматизированного нефтепродукта или растворителя;

T_2 — анилиновая точка исходного нефтепродукта или растворителя;

K — анилиновый коэффициент, указанный в таблице.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Сходимость

Два результата определения, полученные последовательно одним лаборантом, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,2 °С.

Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,5 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru