

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 11011—64
	Нефть и нефтепродукты МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА В АППАРАТЕ АРН-2 Petroleum and its products. Method for the determination of fraction composition by apparatus APH-2	Группа А29

Настоящий стандарт устанавливает метод определения перегонкой фракционного состава нефти и нефтепродуктов при атмосферном давлении и под вакуумом с целью:

получения показателей для построения кривых перегонки (ИТК) нефти и отдельных ее фракций;

установления потенциального содержания в нефти нефтепродуктов и их компонентов;

получения фракций нефти для исследования их группового углеводородного состава.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефть и нефтепродукты.

А. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. При перегонке нефти и нефтепродуктов применяют следующую аппаратуру и реактивы.

Аппарат АРН-2 состоящий из технологического (черт. 1) и электрического (черт. 2) блоков, которые смонтированы в одном металлическом каркасе размерами 1000×1750×600 мм.

Аппарат снабжен вакуумным насосом типа ВН-461-М.

Технологический блок (черт. 1) включает: ректификационную колонку 3, узел конденсации 4, 5, кубик 2, печь 1, приемник, состоящий из двух воронок 6а и 6б, буферную емкость 7, два вакуумметра 8, 9, дифференциальный манометр 10, две ловушки 11, 12, манифольд 22, вакуумный насос 23 и соединительные трубки.

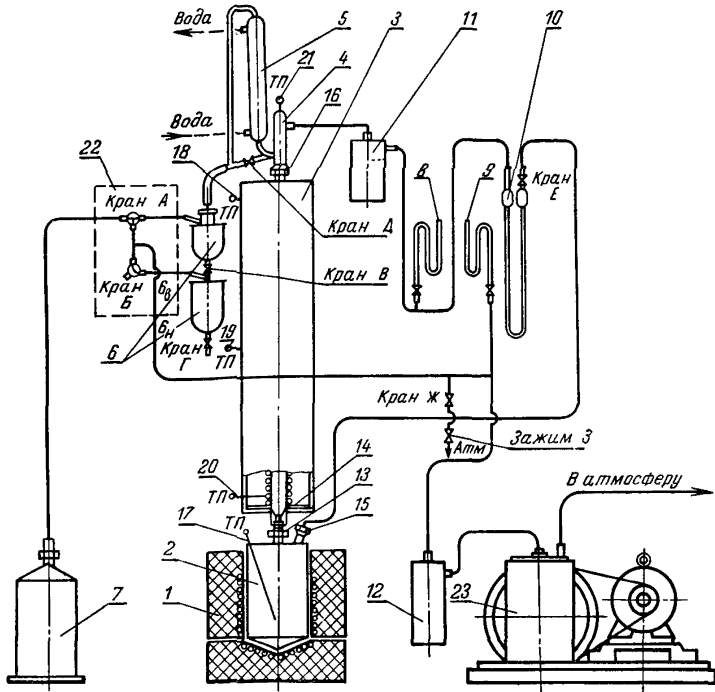
Ректификационная колонка 3 обладает погоноразделяющей способностью, соответствующей 20 теоретическим тарелкам при полном возврате орошения

Колонку, имеющую диаметр 50 мм и высоту 1016 мм, заполняют насадкой следующим образом: на решетку 14 на высоту 80—100 мм насыпают крупную насадку, представляющую собой спираль из

Внесен Государственным комитетом нефтеперера- батывающей и нефтехими- ческой промышленности при Госплане СССР	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 1/VIII 1964 г.	Срок введения 1/I 1965 г.
---	---	------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

Схема технологического блока аппарата АРН-2



Черт. 1

нихромовой проволоки диаметром 0,5 мм, высотой отрезка спирали 12 мм и диаметром витка спирали 5 мм; далее по всей высоте колонки насыпают мелкую насадку также из нихромовой проволоки диаметром 0,5 мм, высотой отрезка спирали 6 мм и диаметром витка спирали 3 мм.

Колонка имеет электрообогрев и покрыта толстым слоем изоляции.

Температуру в колонке измеряют в трех точках (верх, середина и низ) с помощью термодпар, вставляют в припаянные к колонке карманы 18, 19, 20.

Кубик 2, служащий для загрузки нефти или нефтепродукта, имеет карман для термодпары 17 и открытую трубку 15, которая через гайку и переходную трубку соединена с дифференциальным манометром 10. Кубик с помощью накидной гайки 13 соединяется с колонкой 3.

Аппарат снабжен двумя кубиками на разную загрузку (1,9 и 3,0 л).

Узел конденсации, предназначенный для полной конденсации паров, возврата части конденсата в виде орошения и для отбора конденсата, состоит из головки-конденсатора 4 и обратного холодильника 5 с краном для отбора дистиллята.

Головка-конденсатор соединена с помощью накидной гайки 16 с колонкой 3.

Температуру в ней измеряют термпарой 21, которая вставляется в карман головки-конденсатора.

Электрическая печь 1, состоящая из двух самостоятельных секций обогрева (дно и бока), обеспечивает нагрев нефти или нефтепродуктов до 360° С.

Приемник представляет собой две стеклянные воронки 6в, 6н типа делительных, соединенных между собой краном В.

Дифференциальный манометр 10 служит для замера перепада давления между кубиком и верхом колонки.

В манометр наливают керосин плотностью 0,830—0,840 г/см³ при 20° С.

Ртутные вакуумметры 8 и 9 служат для замера остаточного давления при отборе керосиновых и масляных фракций во время работы вакуумного насоса 23.

Вакуумметр 8 служит для замера остаточного давления в парах; его показания используются при пересчете температуры кипения в вакууме в температуру кипения при атмосферном давлении.

Вакуумметр 9 служит для замера остаточного давления в нижней воронке приемника 6н при смене фракций во время перегонки под вакуумом.

Буферная емкость 7 служит для поддержания вакуума в системе при перемене фракций.

Ловушка 11, устанавливаемая между головкой конденсатора 4 и вакуумметром 8.

Ловушка 12, устанавливаемая между вакуумным насосом 23 и вакуумметром 9.

Краны манифольда 22 служат для обеспечения отбора фракций под вакуумом.

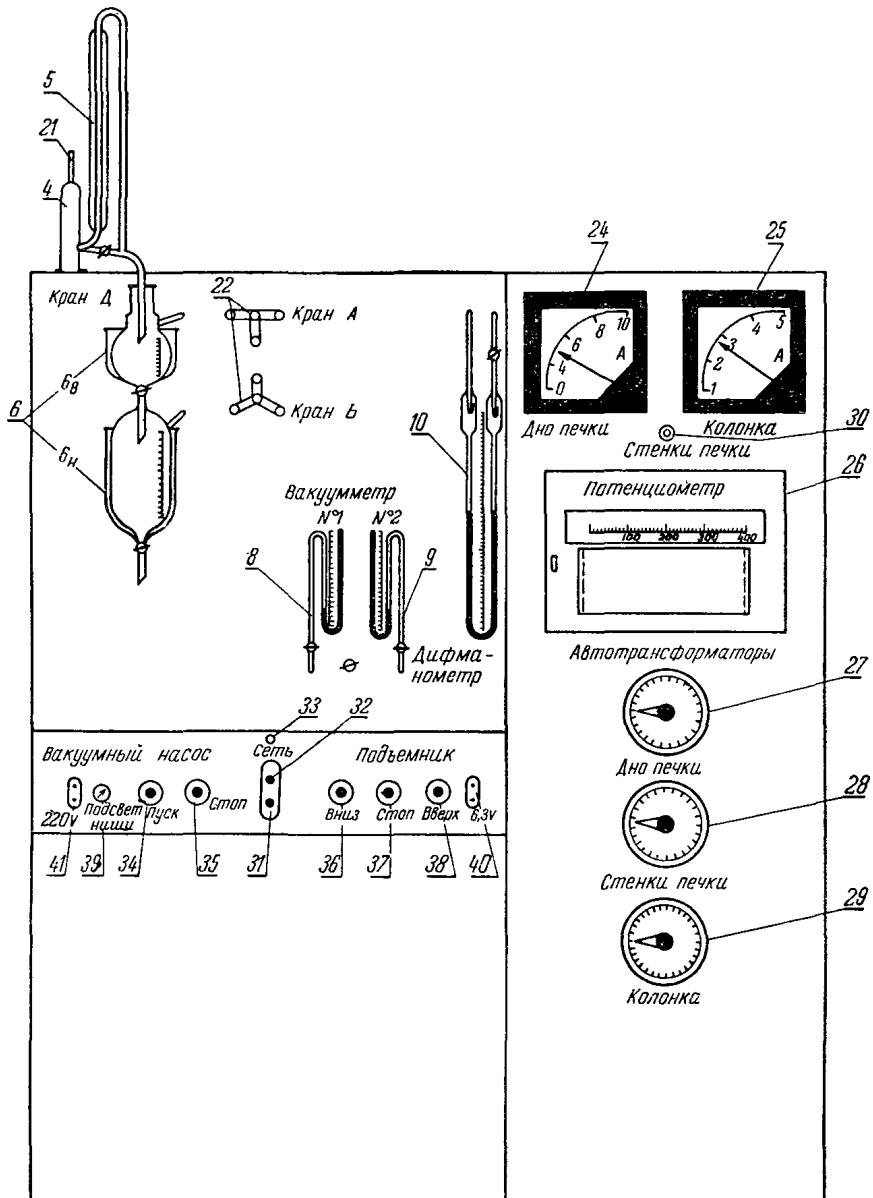
Кран А — трехходовой, кран В — полулунный.

Термопары 17, 18, 19, 20, 21 рассчитаны на температуру от 0 до 400° С.

Электрический блок (черт. 2) включает: автоматический потенциометр 26, три автотрансформатора 27, 28, 29, два амперметра 24, 25, семь кнопок управления 31, 32, 34, 35, 36, 37, 38, две сигнальные лампы 30, 33 и две розетки 40, 41.

Автоматический потенциометр 26 марки ПС1-08 одновременно регистрирует температуру в пяти точках: в головке-конденсаторе, вверху, в середине, внизу колонки и в кубике.

Схема электрического блока аппарата АРН-2



Черт. 2

Лабораторные автотрансформаторы 27, 28, 29 типа ЛАТР-1 осуществляют регулировку обогрева дна и стенки печи и колонки. Пределы регулировки автотрансформаторов от 0 до 250 в, сила тока 9 а.

Амперметры 24, 25 служат для контроля нагрева дна печи (амперметр на 10 а) и колонки (амперметр на 5 а).

Глазок 30 служит для контроля включения или выключения нагрева стенок печи.

При помощи кнопок управления 31, 32 аппарат включают или отключают от электросети, что фиксируется глазком 33.

Подъем, остановка и опускание печи происходят автоматически путем нажатия соответствующих кнопок 36, 37, 38 на щите управления.

При помощи кнопок 34 и 35 *Пуск* и *Стоп* соответственно включается и выключается вакуумный насос. С помощью кнопок 38, 37, 36 *Вверх*, *Стоп*, *Вниз* соответственно поднимается вверх, останавливается и опускается электропечь. При помощи выключателя 39 производится подсвет вакуумных приемников.

Аппарат снабжен двумя розетками — одна розетка 40 на 6,3 в служит для нагрева электрокрючка, вторая розетка 41 на 220 в служит для включения, в случае надобности, переносной лампы.

Бензин авиационный марки Б-70 по ГОСТ 1012—54.

Спирт очищенный крепостью не менее 96%.

Бензол реактив по ГОСТ 5955—51, или бензол нефтяной чистый по ГОСТ 9572—60, или бензол каменноугольный чистый по ГОСТ 8448—61.

Спирто-бензольная смесь в соотношении 1 : 1.

Керосин осветительный по ГОСТ 4753—49 для заполнения дифференциального манометра.

Смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433—60.

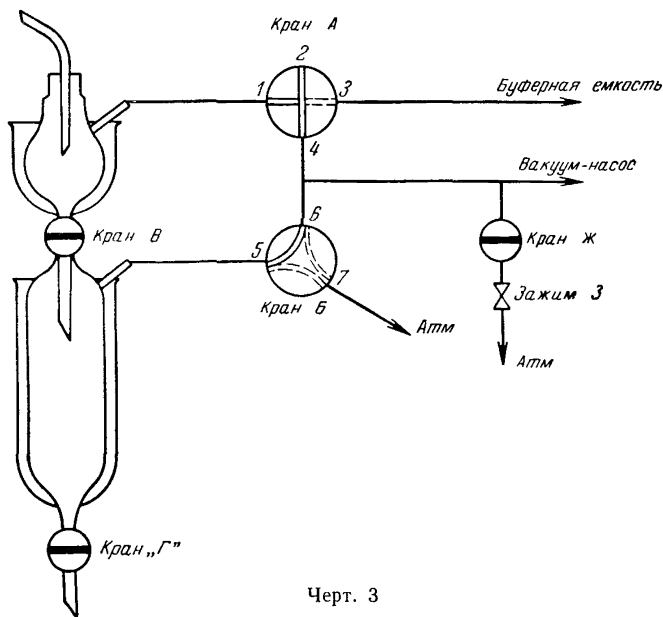
Ткань асбестовая или из стеклянного волокна.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Подготовка пробы нефти или нефтепродукта к испытанию. Для перегонки на аппарате АРН-2 допускается нефть, или нефтепродукт с содержанием воды не более 0,5%. В случае большего содержания воды нефть или нефтепродукт подвергают предварительному обезвоживанию.

3. Подготовка аппарата к испытанию. Перед началом работы аппарат проверяют на герметичность.

Для этого сначала кран А (черт. 3) ставят в положение 1, 3, 4, кран Б ставят в положение 6, 7 для соединения вакуумного насоса с атмосферой, кран Г закрывают, кран В открывают, кран Ж закрывают. Включают вакуумный насос и кран Б переводят в положение 5, 6.



Черт. 3

После того, как остаточное давление достигнет $1-2 \text{ мм рт. ст.}$, кран *А* переводят в положение 1, 2, 3, а затем кран *Б* переводят в положение 6, 7. Вакуумный насос останавливают.

Если аппарат собран герметично, то остаточное давление $1-2 \text{ мм рт. ст.}$ в системе не изменяется в течение $1-2 \text{ ч.}$ Если аппарат не держит вакуум, его проверяют по частям для установления и устранения места течи.

После каждой перегонки аппарат промывают бензином. Для промывки требуется около 1 л бензина.

После проведения $10-12$ перегонки производят более тщательную промывку аппарата, вначале спирто-бензольной смесью, а затем бензином.

При работе с высокосмолистыми и высокосернистыми нефтями указанную промывку производят после каждой перегонки.

После промывки аппарат продувают воздухом.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Атмосферная перегонка. Перед началом перегонки все краны смазывают смазкой ЦИАТИМ-221 (необходимо следить, чтобы смазка не попала в отверстия кранов).

Краны манифольда ставят согласно обозначениям на черт. 3 в следующие положения: кран *А* в положение 1, 2, 4, кран *Б* — в положение 5, 7, кран *В* открывают, кран *Г* закрывают, кран *Ж* и зажим 3 открывают.

В холодильный узел конденсации (черт. 1 и 2) пускают воду, в рубашки воронок *бв* и *бн* (черт. 1) загружают лед.

Образец нефти или нефтепродукта в количестве 1,9 или 3,0 л наливают в кубик через горловину (черт. 1). Кубик 2 соединяют с колонкой 3 через накидную гайку 13, которую плотно завинчивают. Трубку 15 соединяют открытым концом через накидную гайку и переходную трубку с дифференциальным манометром 10.

В карман для термопары вставляют термопару 17 (черт. 1).

Для уменьшения потерь тепла место соединения кубика с колонкой и колонки с головкой-конденсатором закрывают стеклянной или асбестовой тканью.

Кран *Д* (черт. 1 и 2) до начала перегонки закрывают.

Для проведения атмосферной перегонки аппарат включают в электросеть нажимом кнопки 31, при этом должна загореться сигнальная лампа 33. Нажимом кнопки 38 *Вверх* поднимают электропечь. Включают потенциометр. Включают обогрев дна печи и колонки вводом автотрансформаторов 27, 29 (черт. 2).

Обогрев регулируют так, чтобы разгонка началась приблизительно через 1,5—2 ч.

Кран *Д* (черт. 1) закрыт до тех пор, пока не установится равновесие в колонке. Признаком установления равновесия служит остановка температуры в парах, которая вначале при появлении флегмы сразу поднимается, а затем устанавливается по мере накопления легких продуктов в верхней части колонки.

После этого кран *Д* (черт. 1) открывают и начинают отбор фракций.

Скорость перегонки 3—4 мл/мин.

В зависимости от цели перегонки фракции отбирают в пределах заданных температур или по заданному объему или весу.

Отбор фракций при атмосферном давлении производят до температуры 200° С (в случае высокосернистых и высокосмолистых нефтей — до 180° С).

Фракции собирают в тарированные колбы и взвешивают.

Отбор фракций, выкипающих до 200° С, продолжается около 6—7 ч.

После того, как температура в парах достигнет 200° С, атмосферную перегонку прекращают: выключают обогрев печи и колонки выводом автотрансформаторов 27, 29 (черт. 2), опускают печь нажимом кнопки 36 *Вниз*, выключают потенциометр. Прекращают доступ воды в холодильник 5 путем перекрытия водяного крана.

Нажимом кнопки 32 (черт. 2) аппарат отключают от электросети.

5. Вакуумная перегонка. После отбора бензиновых фракций при атмосферном давлении начинают вакуумную перегонку. Фракции, выкипающие при температуре в пределах от 200 до 320° С, отбирают при остаточном давлении, равном 10 мм рт. ст.; фракции, выкипающие выше 320° С, — при остаточном давлении 1—2 мм рт. ст. Пересчет температур производят по номограмме, приведенной на черт. 4.

Перед началом вакуумной перегонки тщательно смазывают все краны.

При отборе фракций, выкипающих при температуре от 200 до 320° С, в холодильник 5 (черт. 1) пускают воду, в рубашки приемников 6в и 6н наливают холодную воду. Перед началом перегонки краны манифольда ставят согласно обозначениям на черт. 3 в следующие положения: кран А в положение 1, 3, 4, кран Б в положение 5, 6; кран В открывают, кран Г закрывают, кран Д и зажим 3 полностью открывают.

Для проведения вакуумной перегонки нажимом кнопки 31 (черт. 2) аппарат включают в электросеть. Поднимают электропечь нажимом кнопки 38 Вверх, включают потенциометр, включают обогрев дна печи и колонки вводом автотрансформаторов 27, 29. Нажимом кнопки 34 Пуск включают вакуумный насос. Постепенным зажиманием зажима 3 (черт. 3) остаточное давление доводят до 10 мм рт. ст. по показанию вакуумметра 8 (черт. 1).

Обогрев регулируют так, чтобы перегонка началась приблизительно через 2—2,5 ч.

Кран Д (черт. 1), так же как и при атмосферной перегонке, не открывают до тех пор, пока не установится равновесие в колонке.

При нормальном режиме во время отбора керосиновых фракций давление дифференциального манометра не превышает 200 мм керосинового столба и при последующем отборе масляных фракций 50—100 мм.

После того, как в колонке установится равновесие, начинают отбор фракций.

При смене фракций перегонку не прекращают, остаточное давление в системе поддерживают за счет буферной емкости 7 (черт. 1).

Для смены фракций закрывают кран В (черт. 3), кран Б плавно ставят в положение 5, 7 для соединения нижней воронки приемника с атмосферой, затем открывают кран Г и фракцию спускают в тарированную колбу.

Далее кран Г закрывают, кран А переводят в положение 1, 2, 3 и кран Б ставят в положение 5, 6 для откачивания воздуха из нижней воронки.

После того, как остаточное давление в нижней воронке сравнивается с остаточным давлением в остальной системе, что фиксируется показаниями вакуумметров 8, 9 (черт. 1), кран В открывают, кран А ставят в положение 1, 3, 4 и перегонку продолжают.

При 10 мм рт. ст. отбирают фракцию от 200 до 320° С в парах при пересчете на нормальное давление.

Как только температура в парах достигнет 320° С, выключают обогрев печи и колонки. Через 5—7 мин остаточное давление доводят до 1—2 мм рт. ст., постепенно закрывая кран Ж (черт. 1), и снова включают обогрев печи и колонки.

Доступ воды в холодильник прекращают, в рубашки приемника наливают горячую воду.

Для подогрева парафинистых продуктов, проходящих через краны В и Г (черт. 1), служит электрокрючок, который нагревается через розетку 40 (черт. 2) при включении в электросеть.

Смена фракций при остаточном давлении 1—2 мм рт. ст. происходит так же, как и при отборе керосиновых фракций (при 10 мм рт. ст.).

После окончания перегонки выключают потенциометр, выключают обогрев печи и колонки, опускают печь, кран А (черт. 3) ставят в положение 1, 2, 3, кран Б в положение 6, 7 и после этого выключают насос.

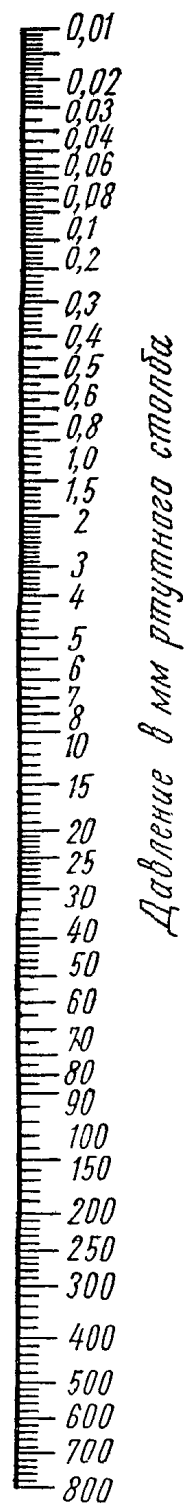
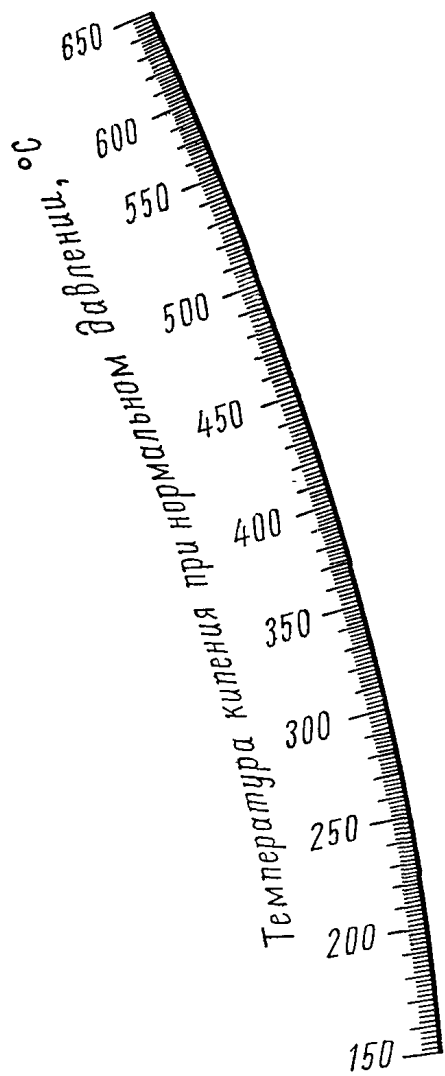
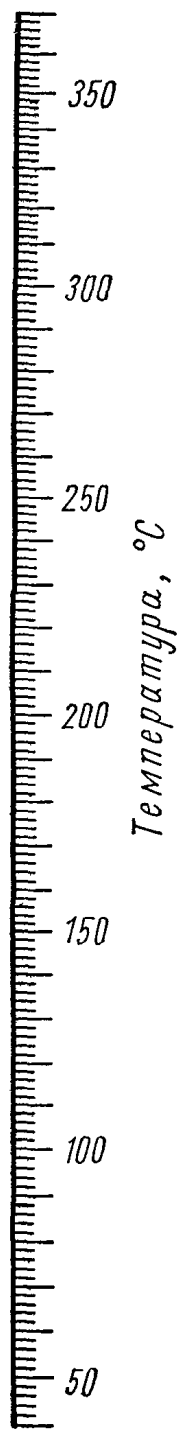
Колонку и кубик охлаждают до комнатной температуры. Затем кран Б (черт. 3) ставят в положение 5, 7, кран А в положение 1, 3, 4, т. е. всю систему соединяют с атмосферой. После этого кубик отсоединяют от колонки и из него выливают остаток.

6. Допускаемые расхождения для параллельных определений. Расхождения между параллельными перегонками не должны превышать, считая на нефть и нефтепродукт:

1% (вес) при отборе фракций до 350° С,

1,5% (вес) при отборе фракций выше 350° С.

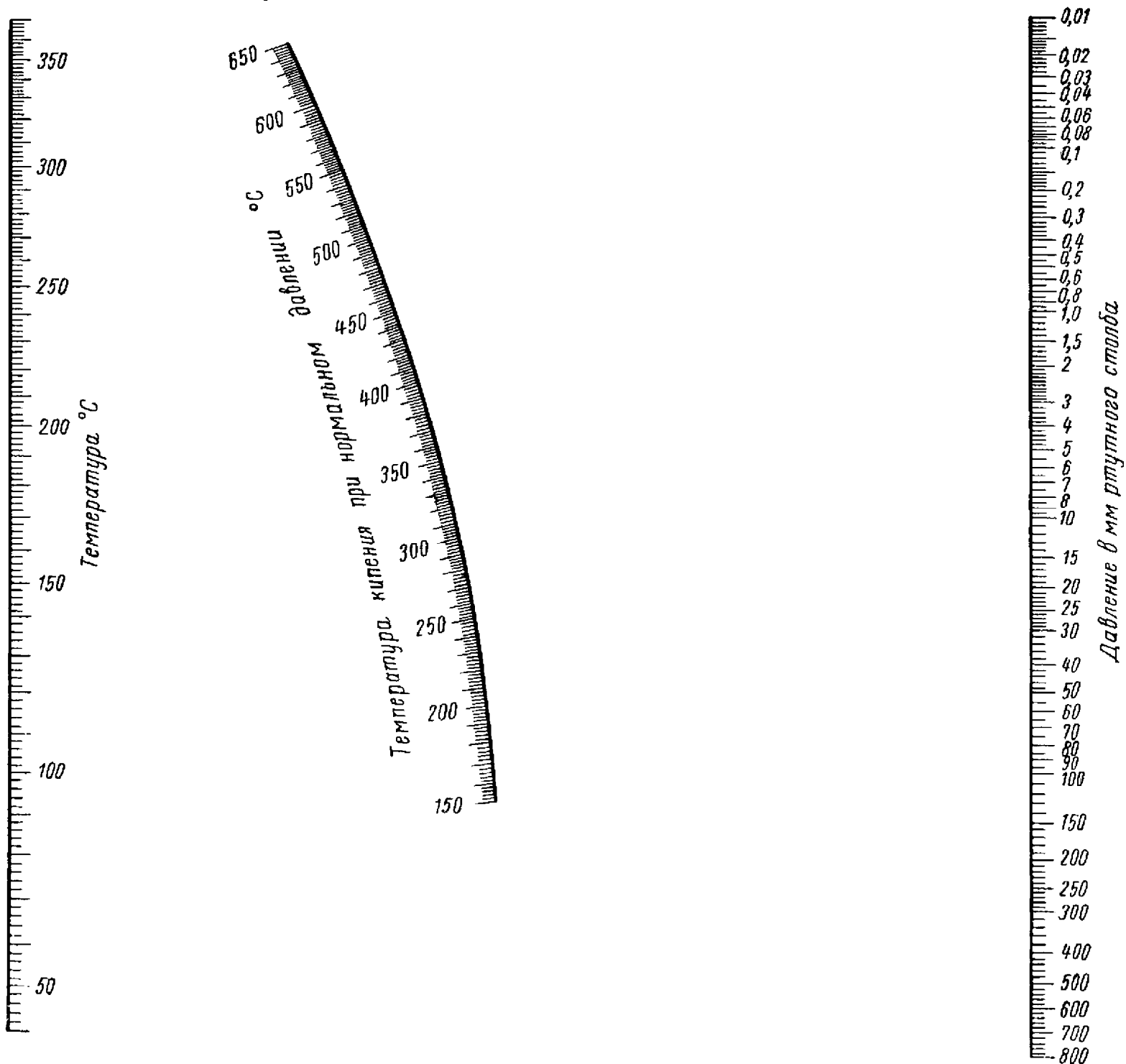
Потери при перегонке не должны превышать 1,0%.



Черт. 4

к ГОСТ 11011—64 Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2

Вместо изданной номограммы для пересчета температур (черт. 4) следует пользоваться номограммой, приведенной ниже:



Изменение № 1 ГОСТ 11011—64 Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.80 № 952 срок введения установлен

с 01.06.80

Вводную часть после слова: «перегонкой» дополнить словами: «на аппарате АРН-2».

Вводную часть дополнить новым абзацем:

«На аппарате АРН-2 перегоняют нефти до температуры 500°С. Перегонку высокосмолистых, высокосернистых и высокопарафинистых нефтей прекращают при 450—480°С во избежание разложения».

Пункт 1. Шестой абзац. Исключить слова «на высоту 80—100 мм»; после слов «крупную насадку» дополнить словами: «в количестве 150 см³»; после слов «мелкую насадку» дополнить словами: «в количестве 1400 см³»; дополнить словами: «Во избежание уплотнения к мелкой насадке добавляют 250—270 см³ крупной. Объем насадки измеряют цилиндром по ГОСТ 1770—74»; пункт после 10 абзаца дополнить новым: «Верх кубика, верх колонки и переточную трубку головки конденсатора изолируют теплоизоляционным материалом. Кроме того, переточную трубку от крана Д (черт. 1) до приемника снаб-

(Продолжение см. стр. 48)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11011—64)

жают электрообогревом, для включения которого используют розетку 41 (черт. 2)»;

14 абзац. Заменить температуру: 360°С на 380—400°С;

17 абзац изложить в новой редакции:

«В манометр наливают керосиновую фракцию».

Пункт 1 дополнить словами:

«Секундомер любого типа. Цилиндр вместимостью 50 или 100 см³ по ГОСТ 1770—74»;

Заменить ссылки: ГОСТ 1012—54 на ГОСТ 1012—72; ГОСТ 5955—51 на ГОСТ 5955—75; ГОСТ 9572—63 на ГОСТ 9572—77; ГОСТ 8448—61 на ГОСТ 8448—78; ГОСТ 4753—49 на ГОСТ 4753—68.

Пункт 2 после слов «к испытанию» дополнить словами: «В исследуемом образце нефти предварительно определяют массовую долю растворенного в ней газа, включая C₄H₁₀ по ГОСТ 13379—77».

Пункт 3 дополнить словами:

«После 25—30 перегонок на аппарате АРН-2, с учетом качества перегоняемых нефтей, 1—3 раза в год насадку в колонке обновляют. Для этого из колонки высыпают всю насадку, прокалывают ее в муфельной печи при температуре 500—600°С до удаления кокса, затем охлаждают, перебирают и засыпают в колонку. В случае необходимости добавляют новую насадку, приготовленную в соответствии с размерами, указанными в п. 1, на 3—4 мм ниже верха колонки».

(Продолжение см. стр. 49)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11011—64)

Пункт 4. Восьмой абзац дополнить словами:

«Обогрев стенки печи не включают во избежание разложения паров перегоняемой нефти»;

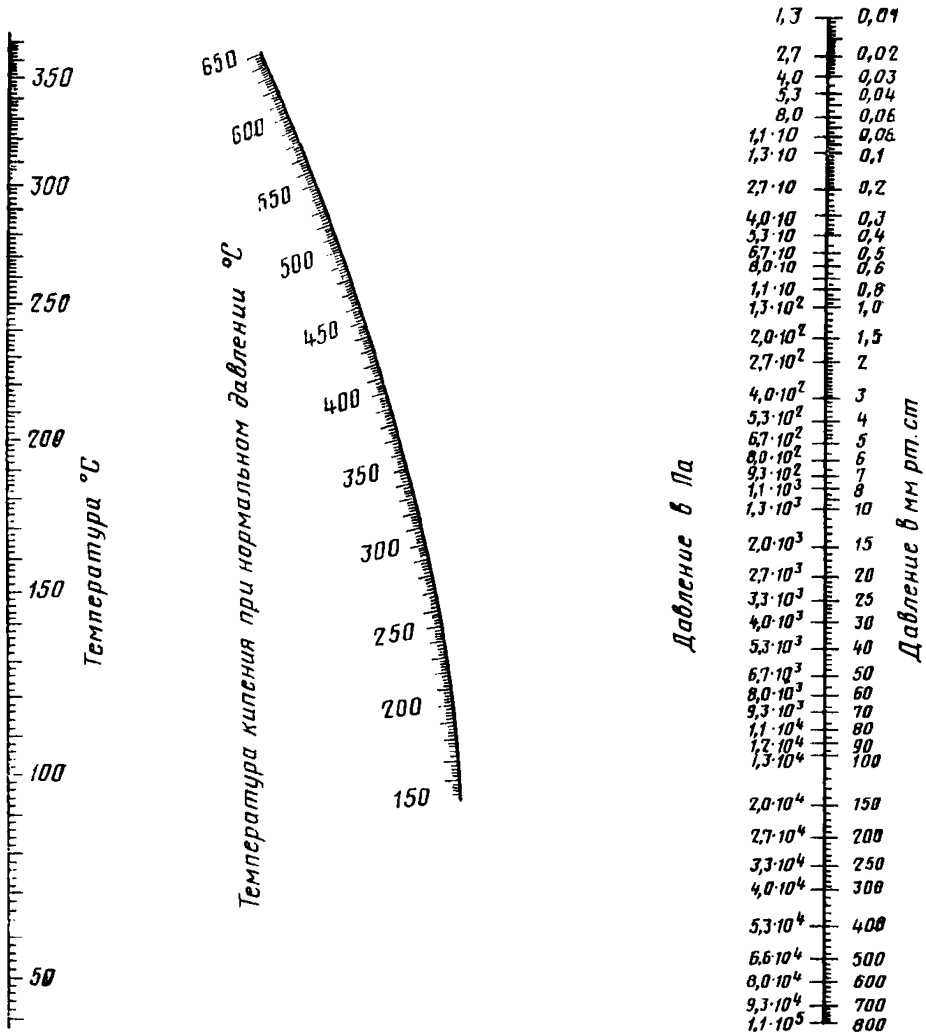
12 и 13 абзацы изложить в новой редакции:

«Перегонку нефти проводят со скоростью 3—4 см³/мин при загрузке 3 дм³ и 2—2,5 см³/мин при загрузке 1,9 дм³. Скорость перегонки контролируют с помощью секундомера и измерения объема дистиллята в приемниках или цилиндры. Заданную скорость регулируют краном и электрообогревом печи и колонки при постоянном перепаде давления в дифференциальном манометре.

При нормальном режиме работы аппарата разность температуры в парах и в кубике во время отбора бензиновых фракций должна быть выше 100°С.

Чертеж 4 заменить новым

Номограмма для пересчета температур кипения в вакууме к температурам кипения при нормальном давлении. (Г. О. Р.)



(Продолжение см. стр. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11011—64)

Пункт 5. Первый абзац после слов «по номограмме» дополнить словами: 10Р;

седьмой абзац изложить в новой редакции:

«При нормальном режиме работы аппарата разность температур жидкости в кубике и паров в головке конденсатора должна быть: для керосиновых фракций 80—100°С, для дизельных и масляных фракций 40—80°С.

Показания дифференциального манометра (мм керосинового столба) при отборе керосино-газойлевых и масляных фракций не должны превышать 100 мм»;

13 абзац. Заменить значение: 10 на 10—12.

Пункт 5 дополнить новым абзацем:

«При проведении вакуумной перегонки в тот же день сразу после атмосферной отключают обогрев колонки и кубика (опускают печь). После того, как в кубике температура понизится до 180—200°С, включают вакуумнасос и создают вакуум в системе, постепенно доводя его до остаточного давления 10—12 мм рт. ст. При замедлении скорости перегонки включают обогрев кубика и колонки».

(ИУС № 4 1980 г.)