

Изменение № 1 ГОСТ 11244—76 Нефть. Метод определения потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.06.87 № 1925

Дата введения 01.12.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0209.

По всему тексту заменить единицы: мл на см³, мл/мин на см³/мин.

Раздел 1 изложить в новой редакции (кроме черт. 1, 2):

«1. Аппаратура, материалы и реактивы

Аппарат АРН-2 по ГОСТ 11011—85.

Воронка Бюхнера № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—80, с крышкой, вмонтированная в металлическую баню диаметром 210 мм, высотой 130 мм, обшитую теплоизоляционным материалом.

Чашка выпарительная 7 или 8 по ГОСТ 9147—80.

Колба с тубусом исполнения 1 или 2, вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336—82.

Колбы типа Кн, исполнения 1 или 2, вместимостью 500, 1000 и 2000 см³ из стекла группы ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы типа КП, исполнения 1 или 2, вместимостью 250, 500 см³, из стекла группы ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы КГУ-2—1—250—29/32 и КГУ-2—1—500—29/32 с насадкой Н1—29/32—14/23—14/23, холодильником типа ХПТ-1 или ХПТ-2 длиной 400 или 600 мм, изгибом или алонжем любого типа из стекла ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Воронки В-100—150, В-100—200, В-150—230 из стекла группы ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Промывалка с резиновой грушей.

Термометры типа ТН-7 или ТН-8 по ГОСТ 400—80.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-2 1-Б4 по ГОСТ 215—73.

Колонка адсорбционная (черт. 1) из термически и химически стойкого стекла ТХС, укрепленная на металлической решетке.

К низу колонки присоединяют стеклянный кран, при помощи которого регулируется скорость отбора фильтрата.

Пробирки-приемники из термически и химически стойкого стекла высотой 150 мм и диаметром 36 мм, с меткой на 50 см³ для отбора фракций, вытекающих из колонки. Можно использовать пробирки со шлифом. Растворитель отгоняют непосредственно из этих же пробирок.

Дефлегматор 200—14/23—14/23 ТХС по ГОСТ 25336—82, который присоединяют к пробиркам-приемникам на конусе или при помощи корковой пробки.

Штативы для пробирок длиной 400 мм, шириной 100 мм, в который устанавливают пробирки-приемники. Каждый штатив имеет по 16 отверстий диаметром 38 мм, расположенных в два ряда.

Колонка U-образная (черт. 2) для определения разделяющей способности силикагеля с капельной воронкой ВК-50ХС по ГОСТ 25336—82.

Штативы для укрепления приемников и U-образной колонки.

Приемники для отбора фракций из U-образной колонки представляют собой пробирки высотой (42±1) мм, диаметром (8±0,5) мм, градуированные на 0,2 и 0,3 см³ с погрешностью не более 0,01 см³.

Мановакуумметр U-образный стеклянный по ГОСТ 9933—75.

Рефрактометр типа ИРФ-22 или 454Б.

Шпатель.

Палочки стеклянные с оплавленным концом длиной 150—200 мм.

Насос вакуумный по ГОСТ 14707—82.

Автотрансформатор типа АОСН или другой, позволяющий регулировать обогрев адсорбционной колонки в необходимых пределах.

(Продолжение см. с. 56)

Баня цилиндрической формы из белой жести внутренним диаметром не менее 250 мм, высотой около 120 мм с тепловой изоляцией для охлаждения продукта и растворителя при депарафинизации.

Электроплитка с закрытой спиралью.

Баня водяная с электронагревом.

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Метилэтилкетон.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Бензол нефтяной по ГОСТ 9572—77 или каменноугольный по ГОСТ 8448—78, или бензол по ГОСТ 5955—75.

Толуол нефтяной по ГОСТ 14710—78 или каменноугольный по ГОСТ 9880—76.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Изопентан.

α -метилнафталин.

Силикагель марки АСК 0,2—0,5 мм по ГОСТ 3956—76 с разделяющей способностью не менее 40 %, определяемой на контрольной смеси 80 % цетана и 20 % α -метилнафталина (по массе).

Эфир петролейный марок 40—70 и 70—100.

Двуокись углерода жидкая по ГОСТ 8050—85 или азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74 в баллоне, снабженном редукционным вентилем и манометром.

Цетан (гексадекан) эталонный по ГОСТ 12525—85.

Двуокись углерода твердая по ГОСТ 12162—77.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

Пункт 2.2.1. Второй абзац после слова «пробкой» дополнить словом: «взвешивают».

Пункт 2.2.2. Второй абзац изложить в новой редакции: «В нижнюю часть короткого колена и отвод колена U-образной колонки (черт. 2) помещают стеклянную вату для удержания силикагеля. Силикагель массой 12—15 г насыпают небольшими порциями в короткое колено и уплотняют до метки «д» непрерывным постукиванием по колонке деревянной палочкой. Массу силикагеля определяют по разности массы колбы с силикагелем до и после наполнения трубки»;

третий абзац. Исключить слова: «20 % α -метилнафталина и 80 % цетана»; четвертый абзац. Исключить слово: «пробирки».

Пункт 2.2.3 после слов «адсорбционную колонку» дополнить ссылкой: «(черт. 1)».

Пункт 2.3 исключить.

Пункты 3.1.1, 3.1.2 изложить в новой редакции: «3.1.1. Испытуемую нефть перегоняют в аппарате АРН-2 по ГОСТ 11011—85 и отбирают для испытаний фракции, выкипающие в пределах 300—400 $^\circ\text{C}$, 400—450 $^\circ\text{C}$, 450—500 $^\circ\text{C}$, и остаток, или 300—350 $^\circ\text{C}$, 350—400 $^\circ\text{C}$, 400—450 $^\circ\text{C}$, 450—500 $^\circ\text{C}$ и остаток, или 300—350 $^\circ\text{C}$, 350—420 $^\circ\text{C}$, 420—500 $^\circ\text{C}$ и остаток, или 300—350 $^\circ\text{C}$, 350—450 $^\circ\text{C}$, 450—500 $^\circ\text{C}$ и остаток, или остаток выше 350 $^\circ\text{C}$.

3.1.2. Порядок испытаний дистиллятных фракций и остатков представлен на черт. 3—5».

Пункт 3.2.1. Первый абзац дополнить ссылкой: «(черт. 4, 5)».

Пункт 3.2.2. Заменить значения: 50—100 на 100; исключить слова: «или бензиновой фракции, выкипающей до 50 $^\circ\text{C}$ ».

Пункт 3.3.1. Первый абзац после слов «нафтино-парафиновых» дополнить словами: «(циклано-алкановых)»; после слова «ароматических» дополнить словом: «(ареновых)».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить значения: 50—100 на 100;

третий абзац изложить в новой редакции: «Смесь нафтино-парафиновых и I группы ароматических углеводородов нагревают в колбе до 50—60 $^\circ\text{C}$, добавляют половину требуемого растворителя (п. 1.1), количество которого оп-

(Продолжение см. с. 57)

ределяется по табл. 1, после чего раствор вновь нагревают до полного растворения парафинов, затем охлаждают при перемешивании до температуры окружающей среды».

Пункт 3.3.3. Первый абзац. Исключить слова: «для охлаждения»; второй абзац. Заменить слово: «порции» на «требуемого количества»; третий абзац. Заменить слово: «порцию» на «часть».

Пункт 3.3.4. Исключить слова: «остаточного давления».

Пункт 3.3.5. Заменить слово: «дистиллят» на «нефтепродукт».

Пункт 3.3.6. Заменить значение: 100 ± 2 °С на (100 ± 5) °С.

Пункт 3.3.7. Первый абзац. Заменить слова: «колбу типа КП с боковым тубусом» на «колбу типа КГУ, соединенную с насадкой, холодильником и изгибом».

Пункт 3.3.8 изложить в новой редакции: «3.3.8. Массовую долю петролатума (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_3 \cdot 100}{m_4} ,$$

где m_3 — масса петролатума после отгона растворителя, г;

m_4 — масса продукта, подвергнутого депарафинизации, г.

Массовую долю депарафинированного масла (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_5 \cdot 100}{m_4} ,$$

где m_4 — масса продукта, подвергнутого депарафинизации, г;

m_5 — масса масла после депарафинизации и отгона растворителя, г».

Пункт 3.4.2. Заменить значение: 1000 на 1000—1500.

Пункт 3.4.7. Второй абзац изложить в новой редакции: «Указанные в этом пункте и п. 3.4.8 количества растворителя даны в расчете на загрузку 50—100 г исследуемого нефтепродукта».

Пункты 3.4.8, 3.4.10. Заменить слово: «количество» на «объем».

Пункт 3.4.9. Первый абзац. Заменить слово: «порция» на «часть»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Полное вытеснение спирто-бензольной смеси осуществляется 400—800 см³ петролейного эфира до выхода из адсорбционной колонки неокрашенных соединений».

(Продолжение см. с. 58)

Пункт 3.4.11. Первый абзац. Заменить слово: «приемники» на «пробирки-приемники»;

второй абзац. Исключить слова: «(азота или углекислоты)».

Пункт 3.4.12 изложить в новой редакции: «3.4.12. Фракции, полученные после отгона растворителя, взвешивают, вычисляют их массовую долю в процентах и определяют показатель преломления и дисперсию».

Пункт 3.5.2. Заменить слово: «сероорганических» на «сернистых».

Пункт 3.6.1 изложить в новой редакции: «3.6.1. В нефтено-парафиновых углеводородах определяют плотность по ГОСТ 3900—85, показатель преломления, удельную дисперсию, вязкость при 40 °С и 100 °С по ГОСТ 33—82, индекс вязкости по ГОСТ 25371—82 и температуру застывания по ГОСТ 20287—74».

Пункт 3.6.2. Исключить слова: «и дополнительно коксуемость по ГОСТ 19932—74».

Пункты 3.6.3—3.6.5, 3.7.1, 3.7.2. Заменить ссылку: п. 3.6.2 на п. 3.6.1.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Общее потенциальное содержание дистиллятных и остаточных базовых масел в нефти рассчитывают по содержанию масел с одинаковым индексом вязкости (ИВ), определенному по кривым зависимости ИВ масел от глубины адсорбционного разделения фракций и остатка. При этом следует учитывать, что масла не должны состоять только из нефтено-парафиновых углеводородов и не должны полностью содержать IV группу ароматических углеводородов.

Пример. Из дистиллята, выкипающего в пределах 300—400 °С, получено, считая на нефть, базового масла с ИВ 85—14 %, из дистиллята 400—450 °С — 5,6 %, из дистиллята 450—500 — 3,7 %, из остатка выше 500 °С — 2,7 %. Общее потенциальное содержание базовых дистиллятных и остаточных масел с ИВ 85 составляет $14 + 5,6 + 3,7 + 2,7 = 26$ %, считая на нефть.

За результат исследования принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений».

(ИУС № 9 1987 г.)