

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

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 I6 150 14,5/14,5 по ГОСТ 9499—60, аллонжа типа IIa 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

диаметром 6—8 мм с оттянутым концом до диаметра 1 мм, стеклянной соединительной трубки под резиновую трубку типа Ia или Ib 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 Ib или Iv № 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 сернистая 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 ректифицированного спирта крепостью не менее 98,5% и одной части этилового эфира;

фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»;

трубка резиновая толстостенная;

шнур асбестовый;

асбест листовый.

## 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 ректифицированного 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 охлаждающей бани

2. 4. 1. В бане укрепляют воронку Бюхнера или стеклянную воронку и помещают в баню примерно на  $\frac{2}{3}$  ее объема охлаждающую смесь для температуры от 0 до минус 20° С.

Для приготовления охлаждающей смеси с твердой углекислотой в баню до  $\frac{2}{3}$  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 охлаждающей 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  $250^{\circ}\text{C}$  сливают отобранную фракцию через кран в приемнике, затем закрывают кран, через который подается вода в холодильник, и продолжают перегонку при атмосферном давлении до  $300^{\circ}\text{C}$ , после чего прекращают нагрев колбы.

Фракцию нефти, выкипающую при температуре в пределах  $250$ — $300^{\circ}\text{C}$ , 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  $100^{\circ}\text{C}$  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  $550^{\circ}\text{C}$  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  $550^{\circ}\text{C}$  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  $550^{\circ}\text{C}$ , 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  $250$ — $300^{\circ}\text{C}$ , тщательно сливают фракцию, выкипающую при температуре выше  $300^{\circ}\text{C}$ . Если во фракции нефти, выкипающей при температуре выше  $300^{\circ}\text{C}$ , 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  $250^{\circ}\text{C}$ , 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  $105 \pm 1^{\circ}\text{C}$ , взвешивают с точностью до  $0,0002$  г части обессмоленной фракции нефти, выкипающей при температуре выше  $250^{\circ}\text{C}$ , в следующем количестве каждую:  $3$ — $3,5$  г — при содержании

парафина в анализируемой нефти до 3% и 1,5—3г — 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 охлаждающую 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 охлаждающей 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, разворачивают 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  $105 \pm 2^\circ \text{C}$ , 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  $60\text{--}70^\circ \text{C}$ , 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:

$$X = \frac{G_n G_2}{G_1 G_3} \cdot 100.$$

где:

$G_n$  — 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  $250^\circ\text{C}$ , 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.