

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 9437—60
	Парафины ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРО- ДОВ МЕТОДОМ КОЛОРИМЕТРИ- РОВАНИЯ Paraffins. Determination of aromatic hydrocarbons contents by colorimetric method	Группа Б49

Метод предназначен для определения в парафинах малых концентраций (менее 2%) ароматических углеводородов. Основан метод на колориметрировании раствора испытуемого парафина в серной кислоте с формалином и эталонных растворов ароматических углеводородов.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на парафины.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения применяют следующую аппаратуру и реактивы:

- а) фотоэлектрический колориметр ФЭК-М;
- б) адсорбционная колонка диаметром около 20 мм, высотой около 500 мм;
- в) стаканы высокие вместимостью 250 мл и широкогорлые колбы вместимостью 300 мл по ГОСТ 10394—63;
- г) бюретка вместимостью 250 мл;
- д) воронка диаметром 55 мм;
- е) колбочки с притертыми пробками вместимостью 25—50 мл;
- ж) пипетки;
- з) пробирки диаметром 15 мм, высотой 150 мм;
- и) силикагель;
- к) бензол по ГОСТ 5955—51, или бензол чистый каменноугольный по ГОСТ 8448—61, или нефтяной бензол;
- л) цетан;
- м) серная кислота химически чистая по ГОСТ 4204—66;
- н) серная кислота, содержащая 1—2% свободного серного ангидрида;
- о) формалин по ГОСТ 1625—61.

Внесен Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти и газа и полу- чению искусственного жидкого топлива	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 28/IV 1960 г.	Срок введения 1/VII 1961 г.
---	--	--------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. **Получение концентрата ароматических углеводородов.** Концентрат ароматических углеводородов получают из парафинов. Могут быть использованы как низкомолекулярные, так и высокомолекулярные парафины.

Парафин, предназначенный для выделения концентрата ароматических углеводородов, в количестве около 300 г загружают в адсорбционную колонку, заполненную приблизительно 60 г силикагеля. Силикагель предварительно просушивают при 150° С в течение 7—8 ч.

При получении концентрата ароматических углеводородов из твердого парафина адсорбционную колонку снабжают обогревательным устройством, обеспечивающим температуру в колонке во время адсорбции на 20° С выше температуры плавления парафина.

После того как весь парафин будет пропущен через силикагель, в колонку заливают около 250 мл бензола.

Раствор адсорбированного на силикагеле парафина в бензоле с низа колонки собирают в отдельную коническую колбу. Для удаления бензола из раствора колбу нагревают на закрытой электроплитке.

В полученном после отгона бензола концентрате ароматических углеводородов в парафине определяют содержание ароматических углеводородов по методу анилиновых точек. Содержание ароматических углеводородов в концентрате должно быть не менее 2,5%; при меньшем содержании ароматических углеводородов концентрат дополнительно пропускают через адсорбционную колонку.

3. **Подготовка цетана.** В пробирку наливают 1 мл серной кислоты, добавляют одну каплю формалина и одну каплю цетана. Смесь периодически взбалтывают в течение 30 мин. В случае появления даже незначительной окраски цетан чистят серной кислотой, содержащей 1—2% свободного серного ангидрида, и снова проверяют на отсутствие окраски в смеси с серной кислотой и формалином.

4. **Приготовление эталонных растворов ароматических углеводородов в цетане.** Во взвешенные с точностью до 0,01 г колбочки с притертыми пробками берут с той же точностью навески 15—25 г подготовленного по п. 3 цетана. В колбочки с цетаном добавляют по расчету концентрат ароматических углеводородов для получения растворов, содержащих 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0% по весу ароматических углеводородов.

Приготовленные растворы могут сохраняться в течение одного года.

5. **Приготовление раствора формалина в серной кислоте.** Серную кислоту химически чистую смешивают с формалином в отношении 99,5 : 0,5 (по весу). Раствор хранят в склянке с притертой пробкой.

В случае появления окраски раствор считается непригодным к применению.

6. Приготовление эталонных растворов ароматических углеводов в серной кислоте и формалине. В семь пробирок наливают из бюретки по 3 мл приготовленного по п. 5 раствора формалина в серной кислоте. Затем в пробирку вводят одной и той же пипеткой, предварительно каждый раз промытой и высушенной, по одной капле приготовленного по п. 4 эталонного раствора ароматических углеводов: в первую пробирку раствор с содержанием 0,2% ароматических углеводов, во вторую — с содержанием 0,4% и т. д. Пробирки закрывают пробками и в течение одного часа периодически слегка встряхивают так, чтобы жидкость не прикасалась к пробке.

7. Определение на фотоэлектрическом колориметре ФЭК-И оптической плотности эталонных растворов ароматических углеводов в серной кислоте с формалином. В две кюветы (с рабочей длиной 3 мм) наливают до метки приготовленный по п. 5 раствор формалина в серной кислоте. Кюветы ставят в гнезда правой и левой стороны колориметра и закрывают покровными стеклами. Вращением правого барабана устанавливают на нуль значение шкалы оптической плотности и вращением среднего барабана устанавливают на нуль стрелку гальванометра. Определение производят с применением нейтрального светофильтра. В чистую кювету (с рабочей длиной 3 мм) наливают приготовленную по п. 6 смесь эталонного раствора, содержащего 0,2% ароматических углеводов с серной кислотой и формалином, и ставят кювету в гнездо правой стороны колориметра на место кюветы с раствором формалина в серной кислоте (кюветы закрывают покровным стеклом). Вращением среднего барабана устанавливают стрелку гальванометра на нуль и отсчитывают по шкале правого барабана величину оптической плотности раствора.

Так же определяют оптические плотности растворов с содержанием ароматических углеводов 0,4; 0,6% и т. д.

8. Построение градуировочного графика. Полученные величины оптических плотностей эталонных растворов откладывают на вертикальной оси, соответствующие им концентрации ароматических углеводов в растворе — на горизонтальной оси.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

9. Из бюретки наливают в пробирку 3 мл приготовленного по п. 5 раствора формалина в серной кислоте и вводят пипеткой одну каплю испытуемого парафина. Пипетка должна применяться только та, которой готовили растворы для построения градуировочного графика. Пробку закрывают пробкой и в течение часа периодически слегка встряхивают так, чтобы жидкость не прикасалась к пробке.

При испытании твердых парафинов пробу парафина предварительно расплавляют. Пробирку со смесью парафина с серной кислотой и формалином выдерживают при периодическом перемешивании в течение часа в термостате при температуре на 5°C выше температуры плавления испытуемого парафина. В этих же условиях выдерживают пробирку с серной кислотой и формалином. Затем содержимое пробирок охлаждают до комнатной температуры.

10. Раствор из пробирки наливают в чистую кювету (с рабочей длиной 3 мм). При испытании твердых парафинов затвердевший верхний слой предварительно сдвигают чистой стеклянной палочкой.

Определение оптической плотности раствора испытуемого парафина в серной кислоте с формалином производят в соответствии с п. 7. При испытании твердых парафинов для установления на нуль показаний стрелки гальванометра и шкалы оптической плотности в кюветы наливают раствор формалина в серной кислоте, выдержанный в термостате в соответствии с п. 9.

11. По полученной величине оптической плотности на градуировочном графике находят соответствующее данной оптической плотности содержание ароматических углеводов в испытуемом парафине.

Г. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

12. Расхождения между параллельными определениями содержания ароматических углеводов в парафине не должны превышать $\pm 0,1\%$ абсолютных.

Замена

ГОСТ 1625—61	введен взамен	ГОСТ 1625—54.
ГОСТ 8448—61	введен взамен	ГОСТ 8448—57.
ГОСТ 10394—63	введен взамен	ГОСТ 8534—57.
ГОСТ 4204—66	введен взамен	ГОСТ 4204—48.