

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 10120—62
	Парафин нефтяной МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА Petroleum paraffin. Method for the determination of fraction composition	Группа Б49

Настоящий стандарт устанавливает метод определения перегонкой фракционного состава нефтяного парафина.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефтяной парафин.

А. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1. При определении фракционного состава парафина применяют:

а) Прибор для перегонки парафина под вакуумом, состоящий из: колбы круглодонной узкогорлой с коротким пришлифованным горлом вместимостью 250 *мл* (ГОСТ 10394—63, НШ типа А, 29); насадки для перегонки под вакуумом — насадка Клайзена (насадка типа П № 3 из стекла типа ТУ ГОСТ 9425—60);

алонжа (алонж типа Па 14,5/19 из стекла типа ТУ ГОСТ 9425—60); термометра ртутного стеклянного (ГОСТ 400—64, черт. 2), вставляемого на резиновой пробке в муфту бокового горла насадки для перегонки под вакуумом так, чтобы ось термометра совпадала с осью бокового горла насадки, а верх ртутного шарика находился на уровне нижнего края отводной трубки в месте ее припая;

пришлифованной пробки, вставляемой в муфту горла насадки (А 14,5);

вакуумного приемника — измерительный цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 100 *мл* (АН100 ГОСТ 1770—64);

мановакуумметра по ГОСТ 9933—61 (V-образный) с верхним пределом измерения 100 *мм рт. ст.*, наполненного ртутью (наполнение ртутью производится по инструкции, разработанной ВНИИ НП).

б) Вакуумный насос типа ВМ-461.

в) Буферная склянка вместимостью не менее 1 *л*.

г) Кольцевая газовая горелка или электроколбонагреватель с открытой спиралью с реостатом.

При применении кольцевой газовой горелки колбу рекомендуется устанавливать на металлическое кольцо диаметром 75 *мм* с тремя

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 1962 г.	Срок введения 1/1 1963 г.
---	--	------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

выступами по внутреннему диаметру, изолированными асбестовой прокладкой. При применении электроколбонагревателя колбу устанавливают на асбестовую прокладку диаметром 75 мм.

Конструкция электроколбонагревателя должна обеспечивать устойчивое положение защитного кожуха.

д) Стакан высокий с носиком вместимостью 300 мл (ГОСТ 10394—63).

е) Цилиндр измерительный отливной с носиком вместимостью 100 мл (цилиндр измерительный аО100 ГОСТ 1770—64).

ж) Стакан низкий из термостойкого стекла без носика вместимостью 2000 мл (ГОСТ 10394—63).

з) Газовая горелка или спиртовка.

и) Лупа диаметром не менее 30 мм с двукратным или более увеличением.

к) Секундомер.

л) Разъемный защитный кожух из мелкой металлической сетки для защиты колбы при перегонке парафина.

м) Очки защитные.

н) Термостат.

о) Смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433—60.

п) Ртуль по ГОСТ 4658—49 марок Р1 и Р2.

р) Вакуумная резиновая трубка.

с) Асбестовый шнур.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

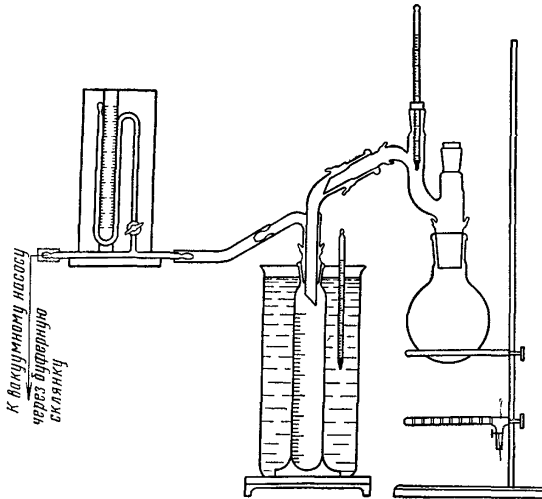
2. Горло колбы для перегонки и насадка для перегонки, кроме отводной трубки, должны быть обмотаны асбестовым шнуром.

3. Перед началом испытания тщательно осматривают прибор для перегонки под вакуумом — на стекле не должно быть трещин и глубоких царапин, прибор должен быть хорошо вымыт и просушен.

4. В стакан из термостойкого стекла вместимостью 2000 мл наливают подогретую воду и погружают в нее вакуумный приемник. Затем воду в стакане нагревают до $80 \pm 2^\circ \text{C}$ и эту температуру поддерживают во время перегонки парафина.

5. В стакан вместимостью 300 мл помещают около 150 г испытуемого парафина и ставят в термостат, нагретый до температуры около 90°C . Одновременно в термостат ставят измерительный цилиндр вместимостью 100 мл. После полного расплавления парафина стакан вынимают из термостата и перемешивают парафин предварительно нагретым термометром; затем вынимают из термостата измерительный цилиндр, быстро обортывают его сухим полотенцем так, чтобы метка 100 мл была открыта, и наливают до метки расплавленный парафин, после чего измеряют температуру парафина в цилиндре термометром, вынутым из стакана с парафином. При температуре $80 \pm 2^\circ \text{C}$ парафин переливают по возможности полностью в колбу для перегонки.

Схема прибора для фракционного состава парафина под вакуумом



6. Смазывают шлифы прибора для перегонки под вакуумом смазкой ЦИАТИМ-221. Присоединяют к колбе с парафином насадку. В горло насадки вставляют пришлифованную пробку, в боковое горло насадки вставляют термометр. К отводной трубке насадки присоединяют алонж, керн алонжа соединяют с вакуумным приемником, погруженным в горячую воду. Отводную трубку алонжа вакуумной резиновой трубкой соединяют с вакуумметром, который также при помощи резиновых трубок через буферную склянку соединяют с вакуумным насосом (см. чертёж).

7. Устанавливают защитный кожух для колбы и надевают очки.

8. Проверяют герметичность собранной установки для перегонки парафина. Остаточное давление в системе должно быть не более 2 мм рт. ст.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

9. Зажигают кольцевую газовую горелку или включают электроколбонагреватель.

10. После того, как парафин в колбе расплавится, включают вакуумный насос и ведут нагрев парафина таким образом, чтобы время от момента включения насоса до падения первой капли дистиллята в вакуумный приемник составляло 15 ± 2 мин.

Перед началом перегонки парафина отводную трубку насадки, во избежание конденсации паров парафина, прогревают небольшим пламенем газовой горелки или спиртовки.

11. Остаточное давление в системе до начала кипения парафина устанавливают постоянным и равным не более 2 мм рт. ст.

Изменение величины остаточного давления в процессе испытания допускается не более чем на $\pm 0,5$ мм рт. ст.

12. С момента начала перегонки парафина и до отгона 93% (93 мл) нагрев колбы с парафином регулируют таким образом, чтобы скорость перегонки была 20 капель за 15 ± 1 сек.

После отгона 93% парафина перегонку продолжают не меняя интенсивности нагрева. По достижении уровня жидкости в вакуумном приемнике 95 мл нагрев колбы прекращают, после чего в течение 2—3 мин дают стечь дистилляту в вакуумный приемник.

Г. УСТАНОВЛЕНИЕ ПОКАЗАНИЙ

13. Для определения температуры начала перегонки парафина отмечают температуру и остаточное давление в системе в момент, когда в вакуумный приемник упадет первая капля дистиллята.

Для определения температуры конца перегонки парафина отмечают температуру и остаточное давление в системе в момент, когда количество дистиллята в вакуумном приемнике достигнет метки 95 мл. Для определения процента отгона парафина, соответствующего температуре конца перегонки, через 2—3 мин после прекращения нагрева колбы отмечают количество дистиллята, собранного в вакуумном приемнике.

Для определения температуры, соответствующей заданному проценту отгона, отмечают температуру и остаточное давление в системе в момент, когда количество дистиллята (в мл) в вакуумном приемнике будет численно равно заданному проценту отгона.

Для определения процентов отгона, соответствующих заданной температуре, отмечают количество дистиллята в вакуумном приемнике в момент, когда температура перегонки (в пересчете на 760 мм рт. ст.) будет соответствовать заданной температуре.

14. Для пересчета температуры, определенной при вакуумметрическом давлении, на температуру при давлении 760 мм рт. ст. пользуются номограммой, приведенной в приложении.

15. Допускаемые расхождения для параллельных определений. Расхождения в результатах параллельных определений температур перегонки не должны превышать $\pm 7^\circ$ С. Расхождения в результатах параллельных определений точек фракционного состава не должны превышать 3 мл.

Замена

ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 6236—58 в части стаканов и колб и ГОСТ 8534—57.

ГОСТ 400—64 введен взамен ГОСТ 400—41.

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.

НОМОГРАММА

для пересчета температур, определяемых при вакуумметрическом давлении, на температуры при нормальном давлении 760 мм рт. ст.

