



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

НЕФТЬ

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕНЦИАЛЬНОГО СОДЕРЖАНИЯ
ДИСТИЛЛЯТНЫХ И ОСТАТОЧНЫХ МАСЕЛ**

ГОСТ 11244—76

Издание официальное

Цена 8 коп.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР**

Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НЕФТЬ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕНЦИАЛЬНОГО СОДЕРЖАНИЯ
ДИСТИЛЛЯТНЫХ И ОСТАТОЧНЫХ МАСЕЛ

ГОСТ 11244—76

Издание официальное

МОСКВА—1976

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти (ВНИИ НП)

Зам. директора **А. Г. Гонсалес**
Руководители темы **И. Е. Жалнин, З. В. Дриацкая**
Исполнители **З. В. Масленникова, Н. А. Жмыхова**

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Член коллегии **А. П. Савельев**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 20 мая 1976 г. № 1238

НЕФТЬ

Метод определения потенциального содержания
дистиллятных и остаточных масел

Petroleum. Method for the determination
of distillation and residue oils potential content

ГОСТ

11244—76

Взамен
ГОСТ 11244—65

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 20 мая 1976 г. № 1238 срок введения установлен

с 01.01.1977 г.
до 01.01.1982 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на нефть и устанавливает метод определения потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел.

Сущность метода заключается в разгонке нефти на фракции, депарафинизации, деасфальтенизации и адсорбционном разделении полученных фракций и остатков, последовательном смешении отдельных групп углеводородов и определении в полученных смесях физико-химических показателей.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. При определении потенциального содержания дистиллятных и остаточных масел в нефти применяются:

аппарат АРН-2 по ГОСТ 11011—64, разд. 1;

воронка Бюхнера № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—73 с крышкой, смонтированная в металлическую баню диаметром 210 мм, высотой 130 мм, обшитую теплоизоляционным материалом.

чаша выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147—73, вместимостью 850 или 1500 мл;

колбы для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 6514—75, вместимостью 500 мл;

колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—72: конические типа Кн вместимостью 500, 1000 и 2000 мл; круглодонные типа КП вместимостью 250, 500 мл;

колбы круглодонные типа КП с боковым тубусом для термометра вместимостью 250—500 мл;
холодильник по ГОСТ 9499—70;
воронки стеклянные лабораторные типа В 100—150—200 и В 150—230 по ГОСТ 8613—75;
промывалка с резиновой грушей;
термометры типа ТН-7 и ТН-8 по ГОСТ 400—64;
термометры ртутные стеклянные лабораторные по ГОСТ 215—73 с пределами измерений от 0 до 250°C;
колонка адсорбционная (черт. 1) из химико-лабораторного стекла типа ТУ по ГОСТ 9111—59.

Внизу колонки присоединяют стеклянный кран, при помощи которого регулируется скорость отбора фильтрата. Для поддержания заданной температуры адсорбционная колонка снабжается муфтой, состоящей из двух стеклянных трубок, вставленных одна в другую. На внутреннюю трубку накладывается спираль из нихромовой проволоки, обеспечивающая нагрев до 150°C. Между адсорбционной колонкой и внутренней трубкой муфты вставляют термометр.

Решетка металлическая, на которой при помощи скоб или держателей укрепляют адсорбционную колонку;

пробирки-приемники из химико-лабораторного стекла типа ТУ по ГОСТ 9111—59, высотой 150 мм и диаметром 36 мм, с меткой на 50 мл для отбора фильтрата, вытекающего из колонки.

Растворитель отгоняют непосредственно из этих же пробирок;

дефлегматоры елочные по ГОСТ 20789—75 длиной 200 мм, диаметром 14 мм, которые присоединяют к пробиркам-приемникам на шлифе или при помощи корковой пробки;

штативы для пробирок длиной 400 мм, шириной 100 мм, в которых устанавливают пробирки-приемники с отобраным фильтратом. Каждый штатив имеет по 16 отверстий диаметром 38 мм, расположенных в два ряда;

колонка для определения разделяющей способности силикагеля (черт. 2);

приемники и штативы для укрепления приемников и колонки;
приемники для отбора фракций представляют собой пробирки высотой 42 ± 1 мм, диаметром $8 \pm 0,5$ мм, градуированные на 0,2 и 0,3 мл с погрешностью не более 0,01 мл;

мановакуумметр U-образный стеклянный по ГОСТ 9933—61;

рефрактометр типа ИРФ-22 или РДУ;

шпатель по ГОСТ 9147—73;

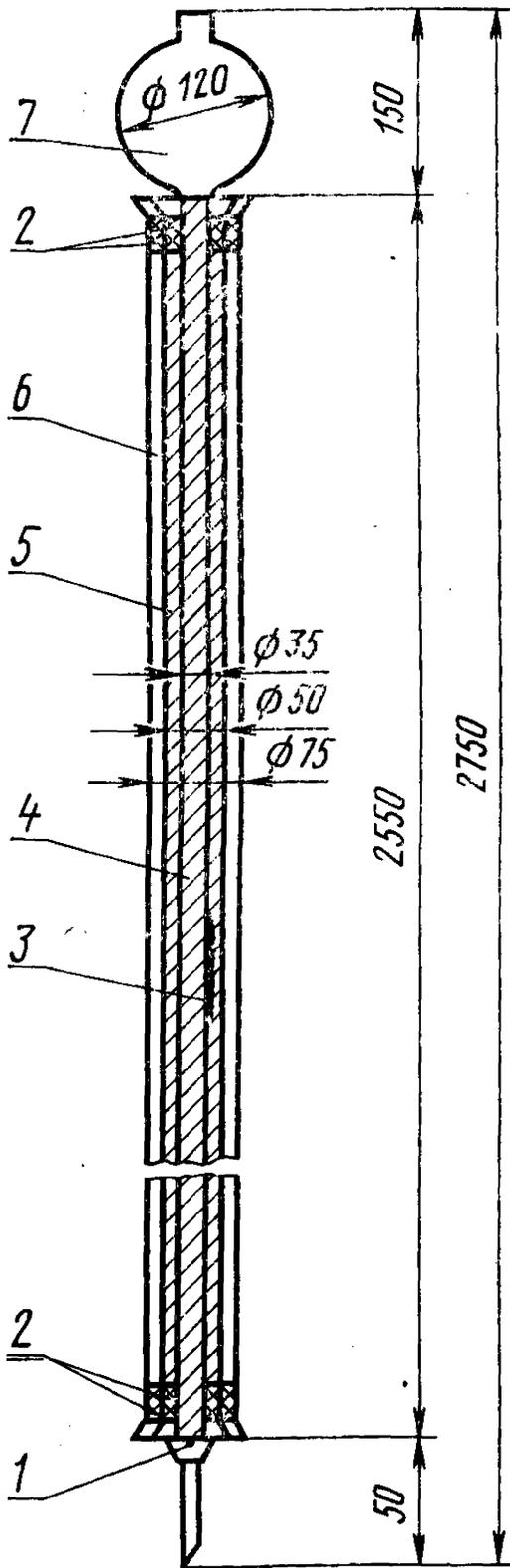
палочки стеклянные с оплавленным концом длиной 150—200 мм;

насос вакуумный по ГОСТ 14707—69;

автотрансформатор лабораторный типа ЛАТР-2 для регулирования обогрева адсорбционной колонки;

баня цилиндрической формы из белой жести внутренним диа-

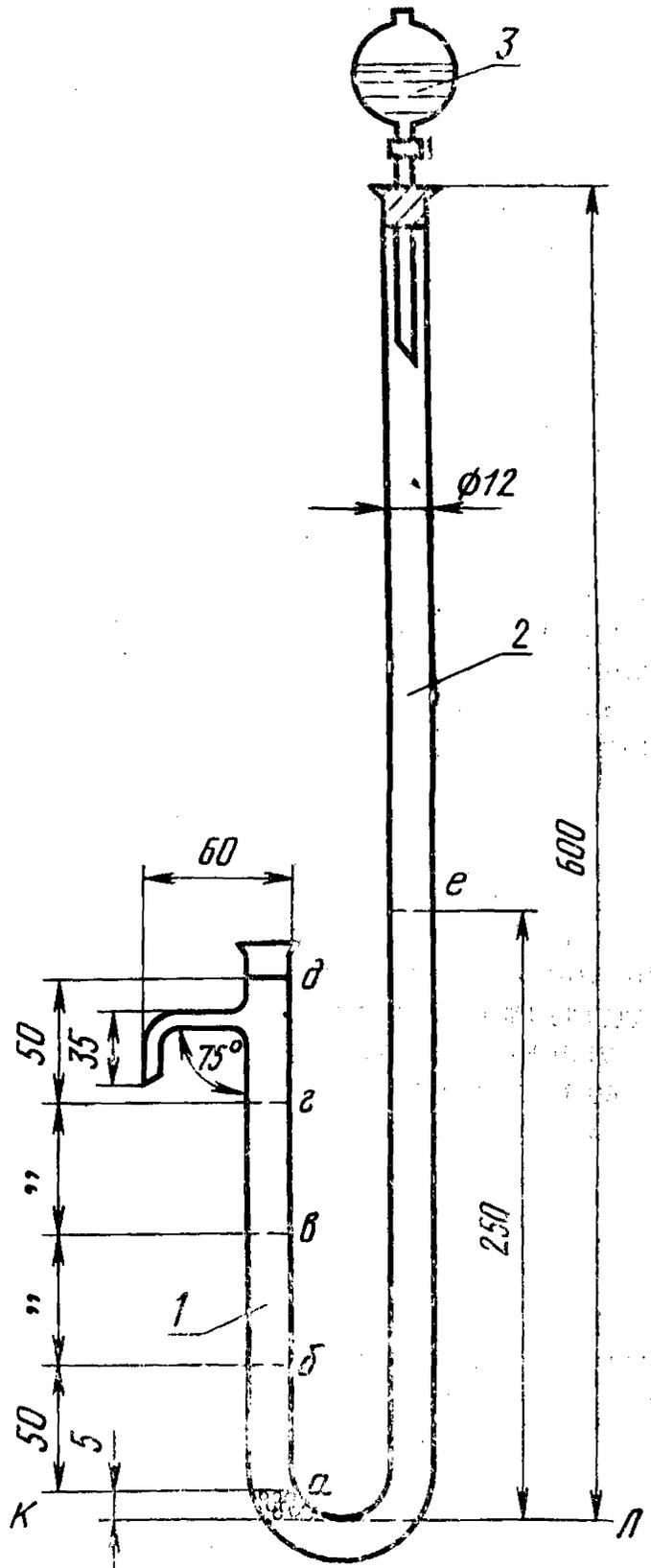
Адсорбционная колонка



1—стеклянная вата; 2—асбест; 3—термометр; 4—адсорбционная колонка; 5—внутренняя трубка муфты со спиралью из нихромовой проволоки; 6—внешняя трубка муфты; 7—резервуар для налива испытуемого продукта

Черт. 1

Колонка для определения разделяющей способности силикагеля



1—короткое колено U-образной трубки; 2—длинное колено U-образной трубки; 3—капельная воронка

Черт. 2

метром 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 105—150°C погрешностью не более 5°C;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—66;

метилэтилкетон;

ацетон по ГОСТ 2603—71;

бензол нефтяной по ГОСТ 9572—68 или каменноугольный по ГОСТ 8448—61 или бензол по ГОСТ 5955—75;

толуол нефтяной по ГОСТ 14710—69 или каменноугольный по ГОСТ 9880—61;

спирт этиловый синтетический по ГОСТ 11547—65 или спирт этиловый регенерированный по ГОСТ 4448—71, или спирт этиловый сырец по ГОСТ 131—67, применяемый для заполнения бань для охлаждения;

спирт этиловый ректификованный технический «высшей очистки» по ГОСТ 18300—72, применяемый в качестве растворителя; изопентан или бензиновая фракция прямой перегонки, выкипающая до 50°C;

силикагель марки АСК по ГОСТ 3956—54 с разделяющей способностью не менее 40% (определяемой при помощи смеси 80% цетана и 20% α -метилнафталина);

эфир петролейный по ГОСТ 11992—66;

газ углекислый сжиженный по ГОСТ 8050—64 или азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74 в баллоне, снабженном редукционным вентилем и манометром;

углекислота твердая (сухой лед);

цетан (гексадекан) эталонный по ГОСТ 12525—67;

α -метилнафталин.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Подготовка к депарафинизации

2.1.1. Перед началом депарафинизации приготавливают растворитель смешением 40 объемных долей метилэтилкетона и 60 толуола или 30 объемных долей ацетона и 70 толуола.

2.1.2. Воронку Бюхнера, вмонтированную в металлическую баню, вставляют через пробку в колбу для фильтрования под вакуумом. На дно воронки помещают бумажный фильтр и закрывают ее крышкой. В баню наливают этиловый спирт, устанавливают термометр типа ТН-8 и охлаждают воронку.

2.1.3. Колбу для фильтрования соединяют вакуумной резиновой трубкой через промежуточную колбу с вакуумным насосом.

К вакуумной трубке через тройник присоединяют ртутный вакуумметр, а через другой тройник — кран, соединенный с атмосферой.

2.1.4. Для охлаждения растворенной навески испытуемого продукта и растворителя готовят вторую баню, которую наполняют этиловым спиртом и устанавливают термометр типа ТН-8.

2.2. Подготовка к адсорбционному разделению

2.2.1. Силикагель помещают в фарфоровую чашу и выдерживают в сушильном шкафу 12 ч при $150 \pm 5^\circ\text{C}$, периодически помешивая.

Высушенный силикагель в горячем состоянии переносят в нагретую стеклянную колбу и плотно закрывают резиновой пробкой.

2.2.2. Определение разделяющей способности силикагеля, подготовленного по п. 2.2.1.

12—15 г силикагеля насыпают небольшими порциями в короткое колено U-образной трубки (см. черт. 2) и уплотняют до метки d непрерывным постукиванием по трубке деревянной палочкой. Перед заполнением в нижнюю часть короткого колена и в отвод колена помещают стеклянную вату для удерживания силикагеля. Количество силикагеля определяют по разности массы колбы с силикагелем до и после наполнения трубки.

Контрольную смесь (20% α -метилнафталина и 80% цетана) из капельной воронки вносят по каплям в длинное колено трубки со скоростью, обеспечивающей пропитку силикагеля контрольной смесью не менее чем за 1 ч, при этом смесь должна последовательно пройти через каждые 15 мин отметки $a, b, в, г, d$ на коротком колене.

Фракции отбирают через боковой отвод в приемники-пробирки по 0,3 мл в каждый со скоростью 0,3 мл/мин.

Скорость регулируют высотой столба жидкости в высоком колене.

Отбирают 20—25 фракций, количество которых обеспечивает появление α -метилнафталина.

С помощью рефрактометра определяют показатель преломления (n_D^{20}) в каждой фракции. Повышение показателя преломления на 0,0005 указывает на появление α -метилнафталина.

Разделяющую способность силикагеля (A) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{0,3 \cdot 0,774 \cdot n \cdot 100}{m}$$

где 0,3 — объем продукта в каждом приемнике, мл;

0,774 — плотность цетана, г/см³;

n — количество фракций, свободных от α -метилнафталина;

m — масса силикагеля, г.

2.2.3. Адсорбционную колонку заполняют силикагелем, подготовленным по п. 2.2.1. Силикагель насыпают небольшими порци-

ями и уплотняют непрерывным постукиванием по колонке деревянной палочкой. Количество силикагеля, помещенного в адсорбционную колонку, определяют по разности массы колбы с силикагелем до и после наполнения колонки.

2.2.4. Силикагель регенерируют после каждого адсорбционного разделения для многократного его использования. Для этого к верхней части резервуара присоединяют каучуковую трубку для подачи инертного газа из баллона через редукционный вентиль. Одновременно включают обогрев колонки и температуру медленно повышают до тех пор, пока не прекратится выделение паров растворителя из колонки.

Пары растворителя отводят под тягу через ловушку, присоединенную внизу колонки.

Затем температуру в колонке повышают до 150°C и поддерживают ее в течение 2—3 ч в токе инертного газа. После этого обогрев колонки выключают и силикагель охлаждают также в токе инертного газа. Когда температура в колонке снизится до температуры окружающей среды, подачу инертного газа прекращают.

После каждых 10 опытов проверяют разделяющую способность силикагеля в соответствии с п. 2.2.2.

При снижении активности на 3—4 единицы силикагель заменяют.

Регенерацию силикагеля можно проводить вне колонки, промывая его горячей дистиллированной водой и высушивая в сушильном шкафу, как указано в п. 2.2.1.

2.3. При проведении анализа все взвешивания проводят с погрешностью не более 0,01 г.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

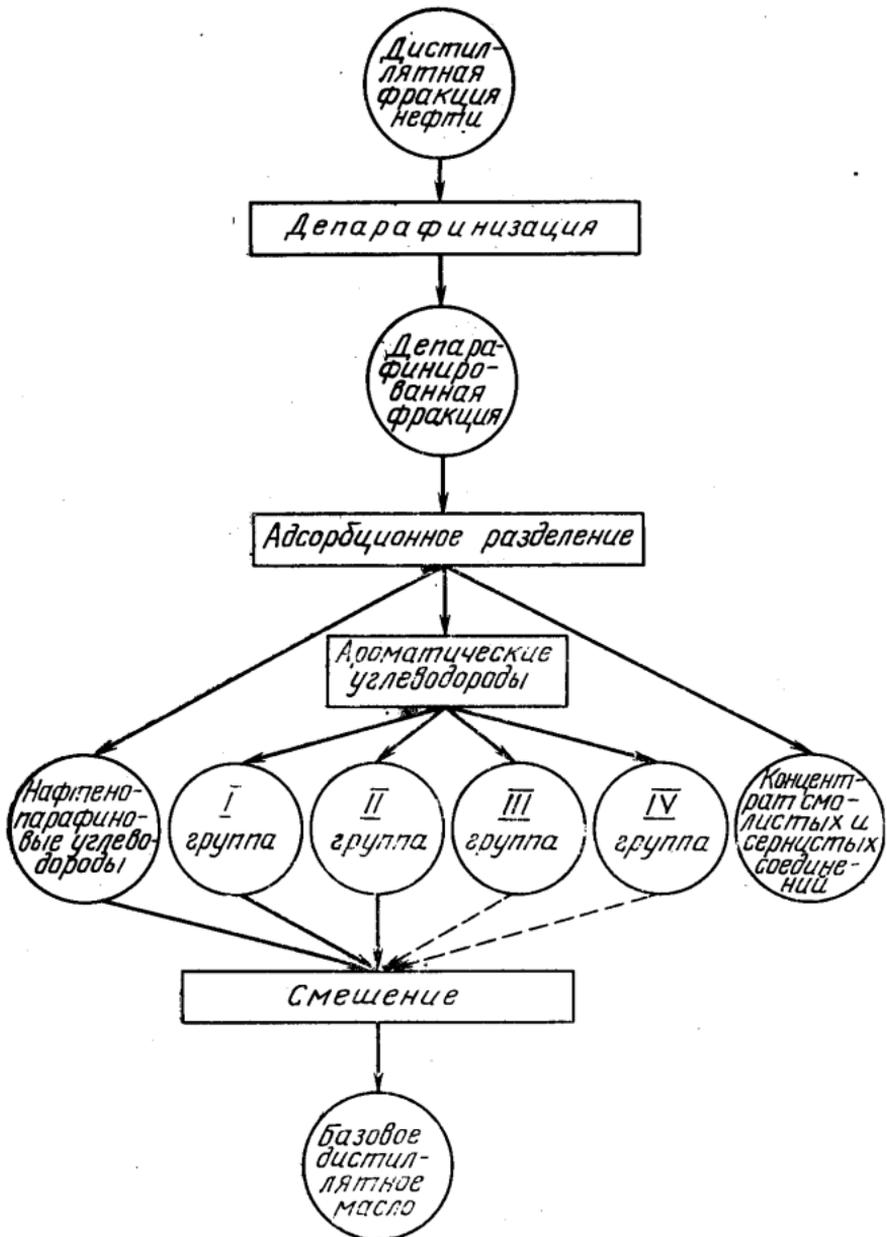
3.1. Отбор фракций нефти

3.1.1. Испытуемую нефть перегоняют в аппарате АРН-2 по ГОСТ 11011—64 и отбирают для анализа фракции, выкипающие в пределах 350—450, 450—480°C (450—500°C), и остаток или 300—350, 350—400, 400—450, 450—480°C (450—500°C) и остаток или остаток выше 350°C.

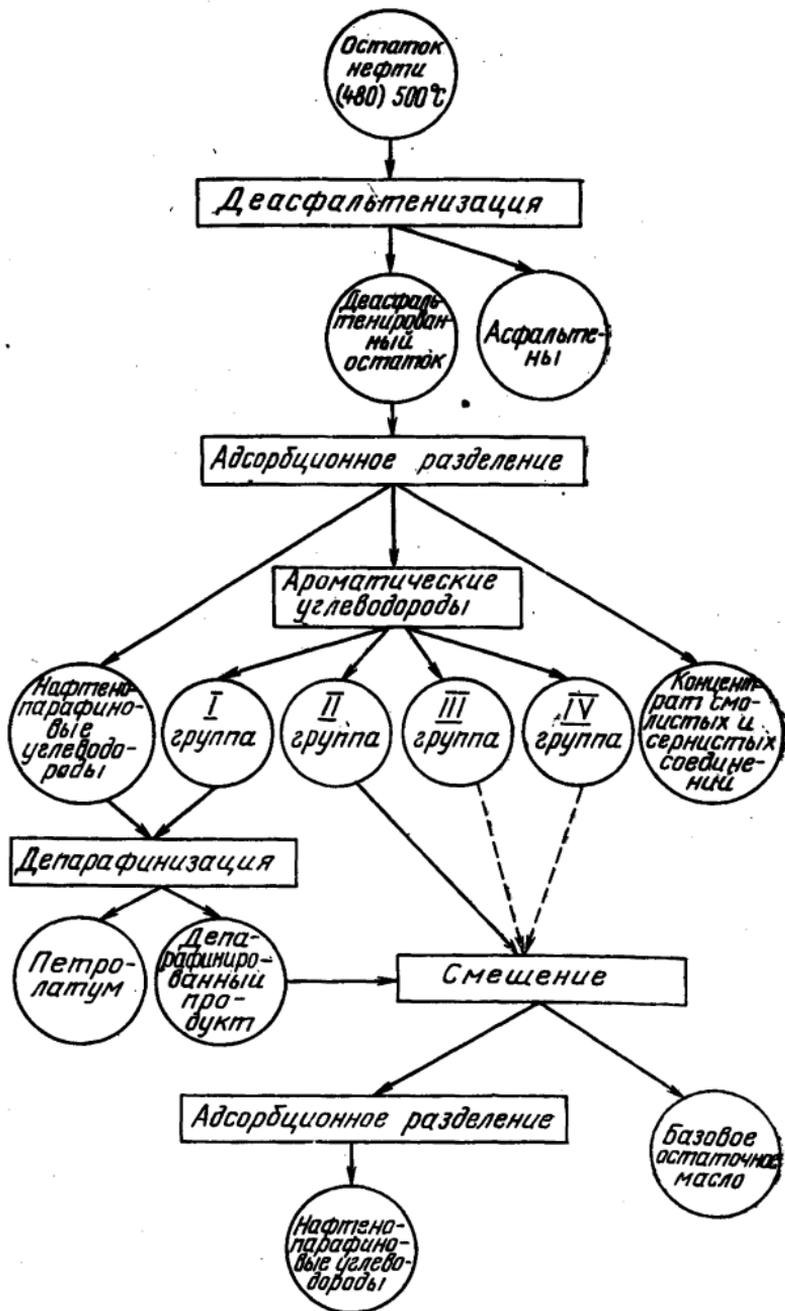
3.1.2. Полученные фракции и остаток подвергают депарафинизации, деасфальтенизации и адсорбционному разделению, последовательно смешивают отдельные группы углеводородов (черт. 3, 4, 5) и определяют в полученных смесях физико-химические показатели.

3.2. Деасфальтенизация

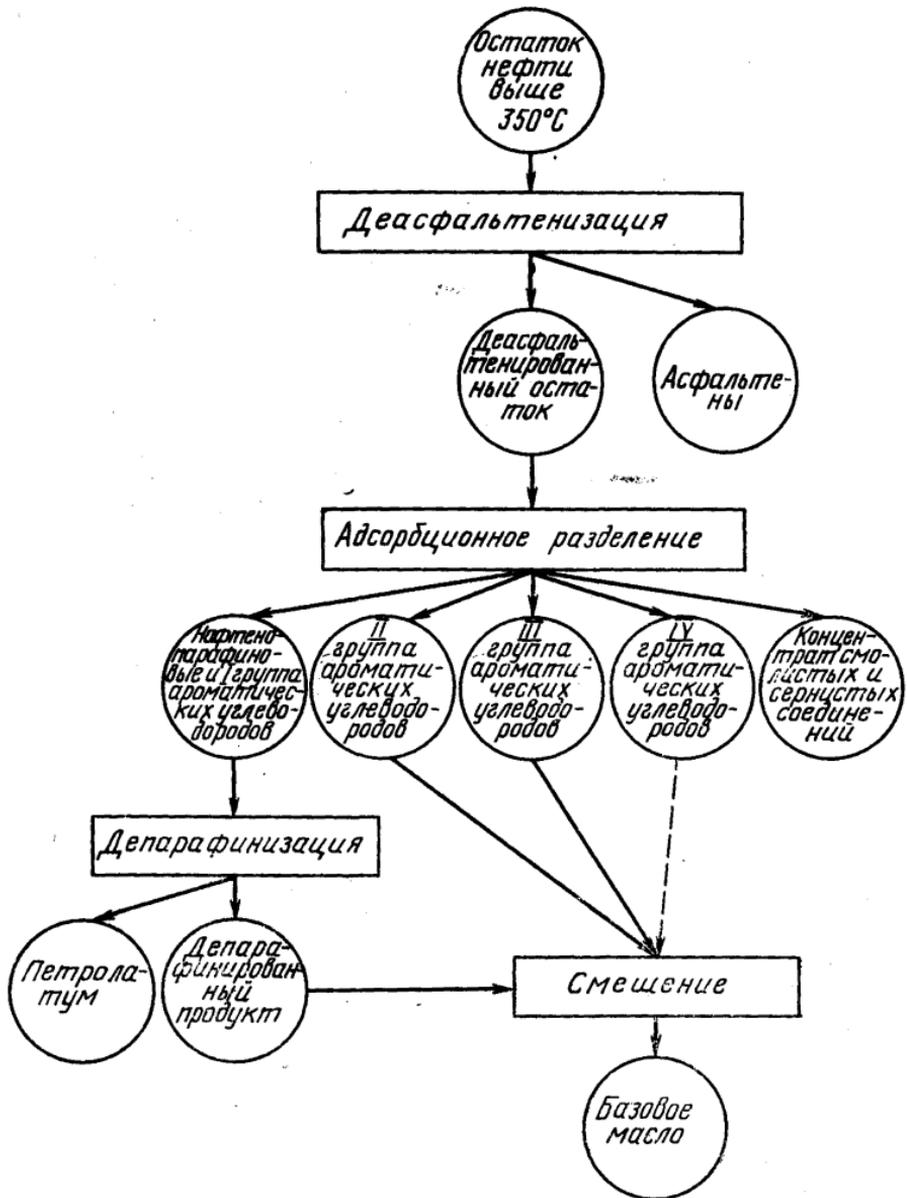
3.2.1. Деасфальтенизации подвергают остатки, полученные по п. 3.1.1.



Черт. 3



Черт. 4



Черт. 5

Если содержание асфальтенов в нефти не более 2,5%, то адсорбционное разделение остатка выше 350°C проводят без предварительной деасфальтенизации.

3.2.2. В коническую колбу вместимостью 2000 мл помещают 50—100 г остатка после перегонки нефти и постепенно приливают при тщательном перемешивании 10-кратное количество изопентана или бензиновой фракции, выкипающей до 50°C, или петролейного эфира (марка 40—70°C), после чего оставляют раствор не менее чем на 3 ч для выделения асфальтенов.

3.2.3. Выпавшие асфальтены отфильтровывают через бумажный фильтр и промывают петролейным эфиром (марка 70—100°C) с целью более полного извлечения масла.

3.2.4. Фильтрат сливают в предварительно взвешенную колбу типа КП. В горло колбы вставляют на пробке капиллярную трубку, через которую подводят углекислый газ. Ставят колбу в водяную баню с электронагревом, соединяют отводную трубку колбы с холодильником и отгоняют растворитель в токе углекислого газа.

Затем колбу с деасфальтенированным остатком охлаждают до температуры окружающей среды и взвешивают.

3.2.5. Выход деасфальтенированного остатка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1},$$

где m_1 — масса остатка, взятого для деасфальтенизации, г;

m_2 — масса деасфальтенированного остатка, г.

3.3. Д е п а р а ф и н и з а ц и я

3.3.1. Депарафинизации подвергают дистиллятные фракции, полученные по п. 3.1.1, смесь нафтено-парафиновых и I группы ароматических углеводородов, полученных после адсорбционного разделения остатков выше 350°C и (480) 500°C (см. черт. 3, 4, 5).

Если содержание парафина в нефти не более 1,5%, адсорбционное разделение дистиллятных фракций проводят без депарафинизации.

3.3.2. В коническую колбу вместимостью 500 мл помещают 50—100 г анализируемого нефтепродукта.

Дистиллятные фракции нагревают в колбе на водяной бане до 50—60°C (до полного расплавления парафина), затем охлаждают до температуры окружающей среды.

Смесь нафтено-парафиновых и I группы ароматических углеводородов нагревают в колбе до 50—60°C, добавляют половину порции растворителя, взятого в соответствии с табл. 1 и подготовленного по п. 2.1.1, после чего раствор вновь нагревают до полного растворения парафинов, затем охлаждают при перемешивании до температуры окружающей среды.

3.3.3. Нефтепродукт, подготовленный по п. 3.3.2, помещают в

Таблица 1

Наименование нефтепродукта	Соотношение нефтепродукта и растворителя
Дистиллятная фракция, полученная из нефти с содержанием парафина, %:	
до 6,5	1:3
св. 6,5	1:4
Смесь нафтено-парафиновых с I группой ароматических углеводородов, полученная при адсорбционном разделении остатков из нефтей с содержанием парафина, %:	
до 6,5	1:4
св. 6,5	1:6

баню для охлаждения и добавлением твердой углекислоты при перемешивании снижают температуру бани со скоростью 1—2°C/мин.

Одновременно в баню помещают колбы с растворителем в количестве, необходимом для депарафинизации и промывки фильтра. К дистиллятной фракции после выпадения кристаллов парафина добавляют половину порции растворителя, взятого в соответствии с табл. 1 и охлажденного до температуры продукта, и охлаждают при перемешивании.

При температуре раствора минус 27—28°C, колбы с раствором выдерживают 10—12 мин, затем добавляют вторую порцию растворителя, охлажденного до минус 27—28°C. За это время температуру охлаждающей смеси в бане, в которую смонтирована воронка Бюхнера, снижают до минус 32—33°C.

3.3.4. Включают вакуумный насос, закрывают кран, соединяющий колбу для фильтрования с атмосферой, создают вакуум 0,4 МПа (300 мм рт. ст. остаточного давления), смачивают фильтр в воронке охлажденным растворителем, подготовленным для промывки осадка на фильтре, и выливают на фильтр испытуемый раствор с выпавшим парафином. Стенки колбы смывают частью охлажденного растворителя, который сливают на фильтр.

Осадок петролатума или гача на фильтре промывают оставшимся охлажденным растворителем, разравнивая лепешку шпателем для равномерного распределения растворителя по поверхности лепешки и во избежание образования трещин.

Соотношение нефтепродукта, взятого для депарафинизации, и растворителя для промывки фильтра 1 : 1.

По окончании промывки и фильтрования открывают кран, соединяющий систему с атмосферой, и выключают вакуумный насос.

3.3.5. Для удаления следов масла из осадка его подвергают дополнительной обработке. Для этого осадок снимают с фильтра шпателем, разбавляют его охлажденным до минус 28°C растворителем (соотношение продукта и растворителя 1:1—1:1,5 в пересче-

те на исходный дистиллят), снова отфильтровывают при температуре, указанной в п. 3.3.3, и промывают растворителем в количестве 1:1.

По окончании промывки и фильтрации открывают кран, соединяющий систему с атмосферой, выключают вакуумный насос.

3.3.6. Шпателем снимают с фильтра петролатум, выпаривают растворитель, сушат в сушильном шкафу при $100 \pm 2^\circ\text{C}$ до постоянной массы, затем взвешивают и определяют температуру плавления.

3.3.7. Фильтрат из колбы для фильтрации под вакуумом сливают в предварительно взвешенную колбу типа КД с боковым тубусом, в горло колбы вставляют на пробке капиллярную трубку, подводющую азот или углекислый газ, в тубус вставляют термометр типа ТН-7, ставят колбу в колбонагреватель и соединяют отводную трубку колбы с холодильником.

Растворитель отгоняют в токе инертного газа до температуры, не превышающей 140°C в жидкости.

После отгона растворителя колбу с депарафинированным маслом охлаждают до температуры окружающей среды и взвешивают.

3.3.8. Содержание депарафинированного масла (X_2) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_3 — масса масла после депарафинизации и отгона растворителя, г.

m_4 — масса продукта, подвергнутого депарафинизации, г.

3.4. Адсорбционное разделение

3.4.1. Адсорбционному разделению подвергают депарафинированные фракции (п. 3.3), деасфальтенированные остатки (п. 3.2) и депарафинированную смесь нафтино-парафиновых и ароматических углеводородов, полученную после адсорбционного разделения остатка (см. черт. 4). Соотношение продукта и силикагеля 1:10, для высокосмолистых — 1:15.

3.4.2. Адсорбционную колонку, подготовленную как указано в п. 2.2.3, пропитывают петролейным эфиром (марка 70— 100°C), для чего в резервуар помещают 1000 мл петролейного эфира.

3.4.3. 50—100 г нефтепродукта растворяют в петролейном эфире (марка 70— 100°C). Соотношение массы нефтепродукта и петролейного эфира 1:3.

3.4.4. Как только петролейный эфир полностью смочит силикагель и сверху колонки останется столб петролейного эфира высотой 2—5 мм, в колонку помещают раствор нефтепродукта, подготовленный по п. 3.4.3. При разделении деасфальтенированных остатков перед помещением раствора нефтепродукта нагревают колонку до $35—45^\circ\text{C}$.

3.4.5. С помощью крана внизу колонки устанавливают скорость отбора раствора 3,0—3,5 мл/мин.

3.4.6. Под колонку подставляют колбу вместимостью 1000 мл для отбора чистого петролейного эфира.

3.4.7. После того, как раствор анализируемого нефтепродукта почти полностью войдет в силикагель, не допуская высыхания верхнего слоя силикагеля, в резервуар колонки порциями помещают 2500 мл петролейного эфира. Каждую последующую порцию добавляют, не давая высыхать верхнему слою силикагеля.

Указанные в этом пункте и в п. 3.4.8 количества растворителя даны в расчете на загрузку 100 г исследуемого нефтепродукта. Если для адсорбционного разделения взято меньшее количество продукта, количество растворителя соответственно уменьшают.

3.4.8. После того, как весь петролейный эфир войдет в силикагель, для более четкого разделения отдельных групп ароматических углеводородов и смолистых веществ, в колонку помещают последовательно смеси растворителей, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Состав смеси, %		Количество смеси, мл
Бензол	Петролейный эфир	
5	95	1500
15	85	1500
100	0	500

При адсорбционном разделении деасфальтенированного остатка количество смеси (15% бензола и 85% петролейного эфира) увеличивают до 2000 мл.

3.4.9. Для полной десорбции смолистых веществ после того, как последняя порция смеси бензола и петролейного эфира войдет в силикагель, в резервуар колонки помещают 500 мл спиртобензольной смеси в соотношении 1:1.

Для полного вытеснения спиртобензольной смеси в резервуар колонки помещают 400 мл петролейного эфира.

3.4.10. При заполнении колонки петролейным эфиром, раствором исходного продукта и последующей десорбции из адсорбционной колонки сначала вытесняется чистый петролейный эфир, затем последовательно растворы отдельных групп углеводородов и концентрат смолистых и сернистых соединений.

Количество вытесненного чистого петролейного эфира обычно составляет около 70% растворителя, израсходованного на за-

полнение колонки, и он может быть повторно использован без перегонки.

3.4.11. Растворы, вытесненные снизу колонки, после отбора около 700 мл чистого петролейного эфира, собирают в отдельные приемники по 50 мл. От каждой полученной фракции отгоняют растворитель.

Для этого в приемник с помощью корковой пробки вставляют дефлегматор и трубку для пропускания инертного газа. Приемник помещают в водяную баню и соединяют дефлегматор с холодильником. Отгоняют растворитель при температуре бани 90—100°C в токе инертного газа (азота или углекислоты). При перегонке сильно разбавленных растворов во избежание потери выделенных при адсорбции фракций смежные фракции последовательно объединяют и отгоняют в одном и том же приемнике до накопления 2—3 г фракции.

3.4.12. Фракции, полученные после отгона растворителя, взвешивают и подсчитывают их содержание в процентах. В полученных фракциях с помощью рефрактометра определяют показатель преломления и дисперсию (для установления нафтено-парафиновых углеводородов).

3.5. Определение содержания групп углеводородов и смолистых веществ, полученных при адсорбционном разделении

Полученные при адсорбционном разделении фракции смешивают с целью выделения групп, указанных ниже.

3.5.1. К нафтено-парафиновым углеводородам относят фракции с показателем преломления не более 1,49 и величиной дисперсии не выше 85.

3.5.2. Ароматические углеводороды (смесь ароматических углеводородов и сероорганических соединений) разбивают на четыре группы по условно принятым пределам значений показателя преломления.

3.5.2.1. К I группе ароматических углеводородов относят фракции, полученные после отбора нафтено-парафиновых углеводородов, с показателем преломления свыше 1,49 до 1,53.

3.5.2.2. Ко II группе ароматических углеводородов относят фракции с показателем преломления свыше 1,53 до 1,55.

3.5.2.3. К III группе ароматических углеводородов относят фракции с показателем преломления свыше 1,55 до 1,59.

3.5.2.4. К IV группе ароматических углеводородов относят фракции с показателем преломления свыше 1,59.

Для отдельных нефтей после отбора фракций с показателем преломления свыше 1,59 наблюдается понижение значения показателя преломления за счет увеличения содержания сернистых соединений. Такие фракции относят к IV группе ароматических углеводородов.

3.5.3. К группе смолистых и сернистых соединений относят фракции, у которых из-за темного цвета не представляется возможным определить показатель преломления.

3.6. Составление смесей из фракций адсорбционного разделения с целью установления потенциального содержания базовых дистиллятных масел

3.6.1. В нафтно-парафиновых углеводородах определяют плотность по ГОСТ 3900—47, показатель преломления и удельную дисперсию, вязкость при 50 и 100°C по ГОСТ 33—66, индекс вязкости, температуру застывания по ГОСТ 20287—74, содержание серы по ГОСТ 1437—75.

3.6.2. Оставшиеся после анализа нафтно-парафиновые углеводороды взвешивают и к ним добавляют I группу ароматических углеводородов.

Количество I группы ароматических углеводородов (a_I) в граммах, которое необходимо добавить к нафтно-парафиновым углеводородам, вычисляют по формуле

$$a_I = \frac{n \cdot A_I}{H},$$

где n — количество нафтно-парафиновых углеводородов, оставшееся после анализа, г;

H — содержание нафтно-парафиновых углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %;

A_I — содержание I группы ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

В полученной смеси определяют показатели, указанные в п. 3.6.1, и дополнительно коксуемость по ГОСТ 19932—74.

3.6.3. Оставшуюся после анализа смесь нафтно-парафиновых углеводородов и I группы ароматических углеводородов (п. 3.6.2) взвешивают и к ней добавляют II группу ароматических углеводородов, полученных по п. 3.5.2.2.

Количество II группы ароматических углеводородов (a_{II}) в граммах, которое надо добавить к смеси ($n+a_I$), вычисляют по формуле

$$a_{II} = \frac{(n+a_I) \cdot A_{II}}{H+a_I},$$

где $n+a_I$ — количество смеси нафтно-парафиновых углеводородов с I группой ароматических углеводородов, оставшееся после анализа, г;

$H+a_I$ — содержание смеси нафтно-парафиновых углеводородов с I группой ароматических углеводородов,

полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %;

A_{II} — содержание II группы ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

Полученную смесь анализируют по показателям п. 3.6.2.

3.6.4. Оставшуюся после анализа смесь взвешивают и к ней прибавляют III группу ароматических углеводородов, полученных по п. 3.5.2.3.

Количество III группы ароматических углеводородов (a_{III}) в граммах, которое надо добавить к смеси ($n+a_I+a_{II}$), вычисляют по формуле

$$a_{III} = \frac{(n+a_I+a_{II}) \cdot A_{III}}{H+A_I+A_{II}},$$

где $n+a_I+a_{II}$ — количество смеси, оставшееся после анализа по п. 3.6.3, г;

$H+A_I+A_{II}$ — содержание смеси нафтино-парафиновых углеводородов с I и II группами ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %;

A_{III} — содержание III группы ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

Полученную смесь анализируют по показателям п. 3.6.2.

3.6.5. Оставшуюся после анализа смесь взвешивают и к ней прибавляют IV группу ароматических углеводородов, полученных по п. 3.5.2.4.

Количество IV группы ароматических углеводородов (a_{IV}) в граммах, которое надо добавить к смеси ($n+a_I+a_{II}+a_{III}$), вычисляют по формуле

$$a_{IV} = \frac{(n+a_I+a_{II}+a_{III}) \cdot A_{IV}}{H+A_I+A_{II}+A_{III}},$$

где $n+a_I+a_{II}+a_{III}$ — количество смеси, оставшееся после анализа по п. 3.6.4, г;

$H+A_I+A_{II}+A_{III}$ — содержание смеси нафтино-парафиновых с I, II и III группами ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %;

A_{IV} — содержание IV группы ароматических углеводородов, полученных при адсорбционном разделении исследуемого продукта, %.

Полученную смесь анализируют по показателям п. 3.6.2.

3.7. Составление смесей из фракций адсорбционного разделения с целью установления по-

тенциального содержания базовых остаточных масел

3.7.1. Смесь нафтено-парафиновых углеводородов и I группы ароматических углеводородов после депарафинизации, полученных по п. 3.3, (см. черт. 4, 5), анализируют в соответствии с п. 3.6.2.

3.7.2. К оставшейся смеси прибавляют последовательно II, III и IV группы ароматических углеводородов (см. черт. 4, 5), как указано в пп. 3.6.3, 3.6.4 и 3.6.5, и определяют показатели, указанные в п. 3.6.2.

3.7.3. Оставшуюся смесь по п. 3.7.2 подвергают повторному адсорбционному разделению по п. 3.4 с целью выделения и анализа группы нафтено-парафиновых углеводородов по п. 3.6.1 (см. черт. 4).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Результаты анализа записывают в таблицу и выражают графически в виде зависимости свойств масел от глубины адсорбционного разделения исследуемого продукта.

Пример записи результатов анализа дан в справочном приложении (см. табл. 2 и чертеж).

4.2. Суммируют содержание базовых масел, полученных из широких масляных дистиллятов и остатка, с целью получения потенциального содержания базовых масел в нефти.

Пример. Из дистиллята, выкипающего в пределах 350—450°C, получено 13,1% базовых масел с ИВ 96, считая на нефть, из дистиллята 450—500°C — 6,2%, считая на нефть, с ИВ 96, и из остатка выше 500°C — 7,5%, считая на нефть, с ИВ 93.

Суммарное потенциальное содержание дистиллятных и остаточных базовых масел в нефти составляет $13,1+6,2+7,5=26,8\%$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

4.3. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

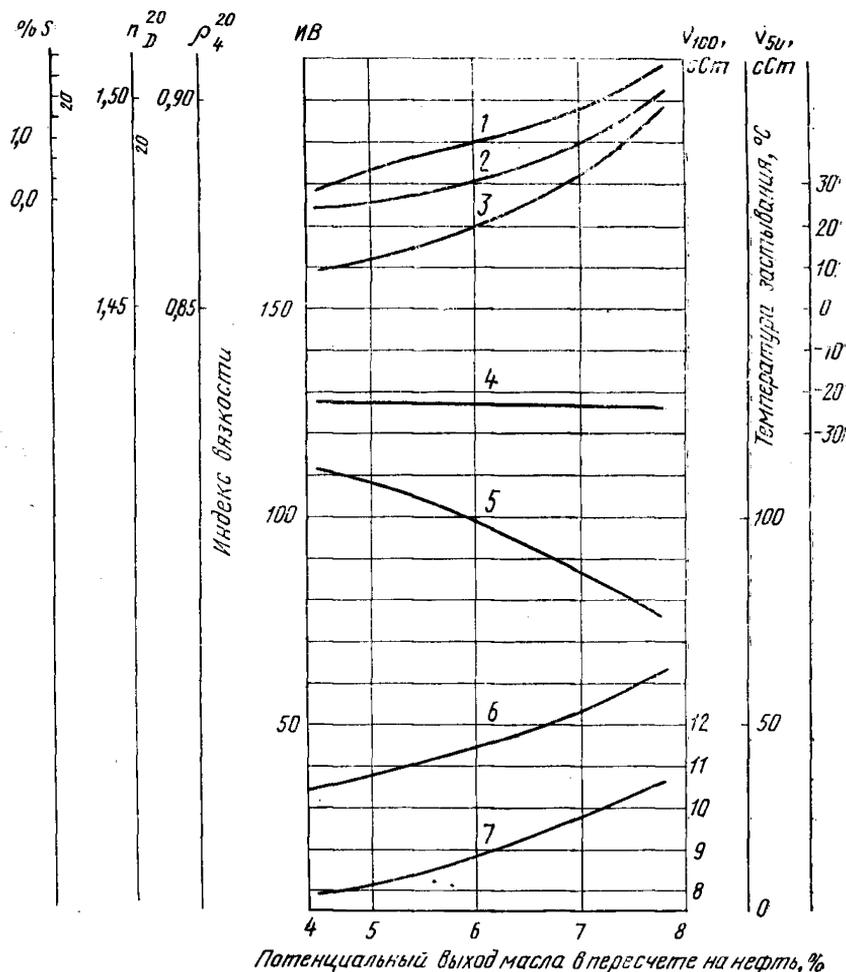
Таблица 3

Выход базовых масел (в пересчете на нефть), %	Допускаемое расхождение, %
До 2	0,2
Св. 2 до 5	0,3
Св. 5	0,5

**ПРИМЕР ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ АДсорбЦИОННОГО РАЗДЕЛЕНИЯ
ДЕПАРАФИНИРОВАННОГО ДИСТИЛЛЯТА И ГРУППИРОВКИ
ПОЛУЧЕННЫХ ФРАКЦИЙ**

При адсорбционном разделении депарафинированного дистиллята, выкипающего в пределах 450—500°C, и анализе отдельных фракций получены данные, на чертеже и указанные в табл. 1, 2.

**Кривые зависимости свойств масел от глубины адсорбционного разделения
дистиллята 450—500°C**



1—содержание серы, %; 2—показатель преломления n_D^{20} ; 3—плотность при 20°C; 4—температура застывания, °C; 5—индекс вязкости; 6—кинематическая вязкость при 50°C; 7—кинематическая вязкость при 100°C

Таблица 1

Содержание фракции, %		Показатель преломления n_D^{20}	Дисперсия $(n_F - n_c) \cdot 10^4$	Группа углеводородов	Содержание групп углеводородов на дистиллят, %	
отдельной	суммарной				депарафинированный	исходный
2,7	2,7	1,4727	—	Нафтено-парафиновые углеводороды	58,5	52,4
20,3	23,0	1,4787	—			
16,8	39,8	1,4794	—			
9,5	49,3	—	—			
5,7	55,0	1,4805	84			
3,1	58,1	1,4815	84			
0,4	58,5	1,4840	85			
0,3	58,8	1,4913	98	I группа ароматических углеводородов	15,1	13,5
2,0	60,8	1,4988	—			
3,8	64,6	1,5017	—			
5,1	69,7	1,5128	—			
1,9	71,6	1,5140	—			
1,4	73,0	1,5175	—			
0,6	73,6	1,5260	—			
0,6	74,2	1,5302	—	II группа ароматических углеводородов	6,7	6,0
3,4	77,6	1,5386	—			
1,7	79,3	1,5390	—			
0,6	79,9	1,5421	—			
0,4	80,3	1,5473	—			
0,2	80,5	1,5540	—	III группа ароматических углеводородов	5,7	5,1
0,8	81,3	1,5560	—			
1,6	82,9	1,5584	—			
1,9	84,8	1,5609	—			
1,1	85,9	1,5773	—			
0,1	86,0	1,5822	—			
0,8	86,8	1,5925	—	IV группа ароматических углеводородов	11,8	10,6
4,6	91,4	1,5936	—			
4,2	95,6	1,5974	—			
1,2	96,8	1,5980	—			
1,0	97,8	1,5990	—			
2,2	100,0	Определить нельзя (темный цвет)	—	Концентрат смолистых и сернистых соединений	2,2	2,0

Таблица 2

Наименование группы	Содержание масла, %		Плотность относительно воды при 20 °С ρ_4	Показатель преломления при 20 °С n_D	Удельная дисперсия SFC	Кинематическая вязкость, сСт (мПа·с)		Индекс вязкости	Температура застывания, °С	Сера, %
	на дистиллят	на нефть				50 °С	100 °С			
Исходный дистиллят 450—500 °С	100,0	8,7	0,8903	1,4989	—	52,94 (52,94 · 10 ⁻⁶)	9,50 (9,50 · 10 ⁻⁶)	—	41	1,17
То же, после депарафинизации*	89,6	7,8	0,8982	1,5020	—	63,00 (63,00 · 10 ⁻⁶)	10,50 (10,50 · 10 ⁻⁶)	76	минус 24	1,32
Нафто-парафиновые углеводороды	52,4	4,5	0,8587	1,4735	100	34,71 (34,71 · 10 ⁻⁶)	8,02 (8,02 · 10 ⁻⁶)	111	минус 22	0,16
То же + I группа ароматических углеводородов	65,9	5,7	0,8670	1,4785	111	41,54 (41,54 · 10 ⁻⁶)	8,59 (8,59 · 10 ⁻⁶)	102	минус 23	0,48
То же + II группа ароматических углеводородов	71,9	6,2	0,8718	1,4823	120	45,55 (45,55 · 10 ⁻⁶)	8,94 (8,94 · 10 ⁻⁶)	96	минус 23	0,63
То же + III группа ароматических углеводородов	77,0	6,7	0,8773	1,4855	134	50,40 (50,40 · 10 ⁻⁶)	9,48 (9,48 · 10 ⁻⁶)	90	минус 23	0,80
То же + IV группа ароматических углеводородов	87,6	7,6	0,8925	1,4968	200	60,50 (60,50 · 10 ⁻⁶)	10,32 (10,32 · 10 ⁻⁶)	79	минус 24	1,10

* Содержание гача 10,4%, считая на дистиллят, или 0,9%, считая на нефть, температура плавления гача 59 °С.

Пользуясь графиком, находим, например, что содержание базового дистиллятного масла с кинематической вязкостью при 50°C 47,00 сСт ($47 \cdot 10^{-6}$ м²/с) и индексом вязкости 95 составляет 6,3%, считая на нефть, а с вязкостью 50,40 сСт ($50,40 \cdot 10^{-6}$ м²/с) и индексом вязкости 90 составляет 6,7%, считая на нефть.

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *М. Н. Гринвальд*

Сдано в набор 04. 06. 76 Подп. в печ. 06. 08. 76 1,5 п. л. Тир. 8000 Цена 8 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1618

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 $(8 \pm 0,5)$ мм, градуированные на 0,2 и 0,3 см³ с погрешностью не более 0,01 см³.

Мановакуумметр U-образный стеклянный по ГОСТ 9936—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°C, 400—450°C, 450—500°C, и остаток, или 300—350°C, 350—400°C, 400—450°C, 450—500°C и остаток, или 300—350°C, 350—420°C, 420—500°C и остаток, или 300—350°C, 350—450°C, 450—500°C и остаток, или остаток выше 350°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°C».

Пункт 3.3.1. Первый абзац после слов «нафтенно-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 нафтенно-парафиновых в I группы ароматических углеводородов нагревают в колбе до 50—60°C, добавляя половину требуемого растворителя (п. 1.1), количество которого оп-

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 нафтно-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 нафтно-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.)