Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 9437—60
	Парафины ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ МЕТОДОМ КОЛОРИМЕТРИРОВАНИЯ Paraffins. Determination of aromatic hydrocarbons contens 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 *мл*, 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 получению 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 углеводородов 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 пробирки вводят одной и той же пипеткой, предварительно каждый раз промытой и высушенной, по одной капле приготовленного по п. 4 эталонного раствора ароматических углеводородов: в первую пробирку раствор с содержанием 0,2% ароматических углеводородов, 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 углеводородов 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 углеводородов 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 углеводородов 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 углеводородов 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° С 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 углеводородов в испытуемом парафине.

Г. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

12. Расхождения между параллельными определениями содержания ароматических углеводородов в парафине не должны превышать ±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.
