Издание официальное

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Парафины ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ МЕТОДОМ АНИЛИНОВЫХ ТОЧЕК Paraffins. Determination of aromatic hydrocarbon content by aniline points method	ГОСТ 10245—62 Группа Б49

Метод предназначен для определения в парафинах содержания ароматических углеводородов в количестве более 2%. Основан метод на определении температур взаимного растворения равных объемов анилина и парафина до и после удаления из него ароматических углеводородов.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на парафины.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения применяют следующую аппаратуру, реактивы и материалы.

Прибор, состоящий из пробирки диаметром 25±1 *мм* и длиной 150±3 *мм*, вставленной на корковой пробке в пробирку-муфту, диаметр муфты 40±2 *мм* и длина 150±3 *мм*. Внутренняя пробирка закрывается пробкой со вставленным в нее термометром и стеклянной или алюминиевой мешалкой.

Баня глицериновая вместимостью 750 *мл* с мешалкой.

Делительная воронка вместимостью 100 *мл*.

Воронка для фильтрования со сливной трубкой длиной 100 *мл* и внутренним диаметром 5 *мм*.

Бюретки или пипетки с делениями вместимостью 5 *мл* по ГОСТ 1770—64.

Стакан стеклянный вместимостью 25 *мл*.

Термостат.

Термометры по ГОСТ 215—57 с пределом измерений температур от +50 до +100° С и от +100 до +150° С, с ценой наименьшего деления шкалы 0,1° С, и термометр с пределом измерений от 0 до +350° С.

Внесен Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти и газа и получению искусственного жидкого топлива	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 26/IX 1962 г.	Срок введения 1/IV 1963 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

Анилин по ГОСТ 313—58.
Серная кислота, «х. ч.», по ГОСТ 4204—66.
Силикагель.
Стеклянная вата.
Фильтровальная бумага.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. **Обезвоживание парафина.** Около 20 *г* испытуемого парафина расплавляют, взбалтывают со свежепрокаленным хлористым натрием, или сульфатом натрия, или гранулированным хлористым кальцием, отстаивают и фильтруют через бумажный фильтр.

Примечание. При подготовке и проведении определения содержания в парафинах ароматических углеводородов температуру парафина поддерживают нагреванием в термостате на 5° С выше температуры его плавления.

3. **Деароматизация парафина.** Для удаления ароматических углеводородов парафин сульфируют в делительной воронке при соотношении парафина и серной кислоты 1 : 3 по объему. Сульфируют парафин 30 *мин*.

После отстаивания в течение одного часа от парафина отделяют кислоту и взвешивают его с точностью до 0,1 *г*.

4. Для полного удаления кислоты парафин пропускают через воронку, сливная трубка которой заполнена силикагелем (в низ сливной трубки закладывается стеклянная вата). Силикагель берется из расчета 10% весовых на парафин.

Полученный деароматизированный парафин перемешивают.

5. Если при сульфировании парафина образовывается эмульсия, для сульфирования берут 100 *мл* парафина и 300 *мл* серной кислоты. После отстаивания в течение одного часа из верхнего слоя берут около 20 *г* парафина и пропускают через силикагель в соответствии с п. 4.

6. **Подготовка анилина.** Анилин сушат в течение 24 *ч* над твердым едким натром или едким калием и затем перегоняют с отбором фракции, выкипающей в интервале температур 183—184° С. В отобранной фракции определяют температуру кристаллизации. Если температура начала кристаллизации анилина будет ниже минус 6,4° С, аналин повторно перегоняют с отбором той же фракции.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

7. Во внутреннюю пробирку прибора наливают 3 *мл* испытуемого парафина (не сульфированного) и 3 *мл* анилина, подготовленного по п. 6. Закрывают пробирку корковой пробкой и помещают прибор в глицериновую баню. Ртутный шарик термометра, вставленного в пробку, должен находиться на линии раздела анилинового и парафинового слоев.

8. Нагревают баню при помешивании глицерина мешалкой. Во время нагрева бани смесь анилина с парафином в пробирке перемешивают. После того, как раствор в пробирке станет совершенно однородным и прозрачным, нагрев бани прекращают и, продолжая непрерывно перемешивать, наблюдают за появлением мути в растворе.

В целях ускорения анализа прибор после прекращения нагрева бани может быть перенесен для охлаждения в другую баню с температурой на 3—4° С ниже предполагаемой анилиновой точки.

В момент появления в растворе равномерной мути, скрывающей ртутный шарик термометра, отмечают с точностью до 0,1° С температуру — анилиновую точку парафина.

9. Определение анилиновой точки смеси анилина с парафином повторяют в соответствии с п. 8 до получения двух совпадающих результатов.

10. В соответствии с п. 8 производят определение анилиновой точки деароматизированного парафина.

Определение должно производиться на том же приборе в течение того же дня.

Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

11. Содержание в парафине ароматических углеводородов в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = K_{ср} (T_1 - T_2),$$

где:

T_1 — анилиновая точка после деароматизации парафина;

T_2 — анилиновая точка парафина до деароматизации;

$K_{ср}$ — средний анилиновый коэффициент, составленный из предложенных ГрозНИИ анилиновых коэффициентов для пятидесятиградусных фракций.

12. Для определения $K_{ср}$ испытуемый парафин перегоняют по методу ГОСТ 10120—62 с отбором пятидесятиградусных фракций, указанных в таблице анилиновых коэффициентов.

$T_1 - T_2$	Анилиновые коэффициенты							
	Пределы температур кипения фракций парафина в °С							
	150—200	200—250	250—300	300—350	350—400	400—450	450—500	500—550
2	1,58	1,76	1,94	2,10	2,26	2,40	2,52	2,64
4	1,56	1,74	1,91	2,06	2,21	2,35	2,46	2,57
6	1,54	1,72	1,88	2,03	2,17	2,30	2,40	2,50
8	1,52	1,70	1,85	1,99	2,12	2,25	2,35	2,44

$T_1 - T_2$	Анилиновые коэффициенты							
	Пределы температур кипения фракций парафина в °С							
	150—200	200—250	250—300	300—350	350—400	400—450	450—500	500—550
10	1,50	1,68	1,82	1,95	2,08	2,20	2,30	2,39
12	1,49	1,66	1,79	1,92	2,04	2,16	2,26	2,34
14	1,48	1,64	1,76	1,88	2,00	2,11	2,22	2,28
16	1,47	1,62	1,74	1,85	1,96	2,07	2,18	2,23
18	1,46	1,60	1,71	1,82	1,93	2,03	2,13	2,18
20	1,45	1,57	1,68	1,79	1,90	2,00	2,08	2,13
22	1,44	1,55	1,66	1,77	1,87	1,96	2,04	2,08
24	1,43	1,54	1,64	1,74	1,84	1,92	2,00	2,03
26	1,42	1,52	1,62	1,71	1,80	1,88	1,96	1,98
28	1,41	1,51	1,60	1,68	1,76	1,84	1,92	1,94
30	1,40	1,49	1,58	1,66	1,73	1,80	1,87	1,90
32	1,39	1,48	1,56	1,64	1,71	1,77	1,84	1,86
34	1,38	1,46	1,54	1,62	1,68	1,74	1,80	1,82
36	1,37	1,45	1,52	1,59	1,65	1,71	1,76	1,78
38	1,36	1,43	1,50	1,57	1,62	1,67	1,72	1,74
40	1,35	1,42	1,48	1,54	1,59	1,64	1,68	1,70
42	1,34	1,40	1,46	1,51	1,56	1,61	1,64	1,66
44	1,33	1,39	1,44	1,49	1,53	1,57	1,60	1,62
46	1,32	1,37	1,42	1,46	1,50	1,53	1,56	1,58
48	1,31	1,35	1,39	1,43	1,47	1,50	1,52	1,54
50	1,30	1,34	1,37	1,40	1,43	1,46	1,48	1,50
70	1,15	1,14	—	—	—	—	—	—

13. Пример расчета

Анилиновая точка парафина до деароматизации 88,8° С, после деароматизации — 94,3° С.

$$T_1 - T_2 = 94{,}3—88{,}8 = 5{,}5° \text{ С}$$

Фракционный состав парафина		Коэффициент пятидесятиградусных фракций, K	Для коэффициента
пределы кипения в °С	% отгона		
200—250	25	1,73	$\frac{1,73 \cdot 25}{100} = 0,42$
250—300	50	1,89	$\frac{1,89 \cdot 50}{100} = 0,94$
300—350	25	2,04	$\frac{2,04 \cdot 25}{100} = 0,51$

$$K_{ср} = 0,42 + 0,94 + 0,51 = 1,87$$

$$X = K_{ср} (T_1 - T_2) = 1,87 (94,3 - 88,8) = 10,4\%.$$

14. **Допускаемые расхождения для параллельных определений.** Для определения содержания ароматических углеводородов в парафине проводят два параллельных анализа.

Расхождения между результатами определений анилиновых точек в параллельных анализах не должны превышать 0,2° С.

За результат испытания принимается среднее арифметическое параллельных определений.

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
