Издание официальное

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 получению искусственного жидкого топлива	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 28/IV 1962 г.	Срок введения 1/I 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) Ртуть по ГОСТ 4658—49 марок Р1 и Р2.

р) Вакуумная резиновая трубка.

с) Асбестовый шнур.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

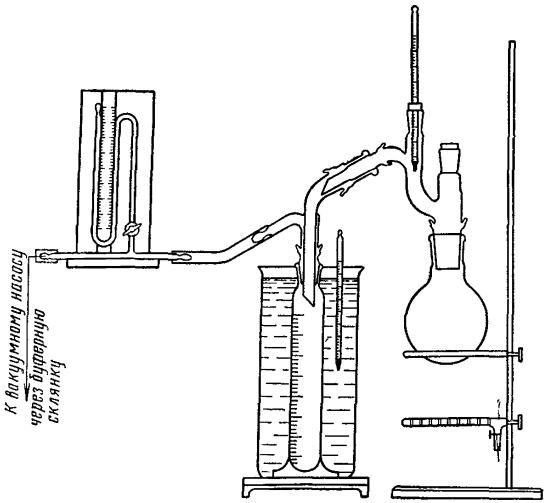
2. Горло колбы для перегонки и насадка для перегонки, кроме отводной трубки, должны быть обмотаны асбестовым шнуром.

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±2° С 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° С. 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 обертывают 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±2° С 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. чертеж).

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 ±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 ±7° 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.*

