Издание официально

СССР
—
Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 11011—64

Нефть и нефтепродукты
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА В АППАРАТЕ АРН-2

Petroleum and its products.
Method for the determination of fraction composition by apparatus АРН-2

Группа А29

Настоящий стандарт устанавливает метод определения перегонкой фракционного состава нефти и нефтепродуктов при атмосферном давлении и под вакуумом с целью:

получения показателей для построения кривых перегонки (ИТК) нефти и отдельных ее фракций;

установления потенциального содержания в нефти нефтепродуктов и их компонентов;

получения фракций нефти для исследования их группового углеводородного состава.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефть и нефтепродукты.

А. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. При перегонке нефти и нефтепродуктов применяют следующую аппаратуру и реактивы.

Аппарат АРН-2 состоящий из технологического (черт. 1) и электрического (черт. 2) блоков, которые смонтированы в одном металлическом каркасе размерами $1000\times1750\times600$ *мм*.

Аппарат снабжен вакуумным насосом типа ВН-461-М.

Технологический блок (черт. 1) включает: ректификационную колонку *3*, узел конденсации *4*, *5*, кубик *2*, печь *1*, приемник, состоящий из двух воронок *6н* и *6в*, буферную емкость *7*, два вакуумметра *8*, *9*, дифференциальный манометр *10*, две ловушки *11*, *12*, манифольд *22*, вакуумный насос *23* и соединительные трубки.

Ректификационная колонка *3* обладает погоноразделяющей способностью, соответствующей 20 теоретическим тарелкам при полном возврате орошения

Колонку, имеющую диаметр 50 *мм* и высоту 1016 *мм*, заполняют насадкой следующим образом: на решетку *14* на высоту 80—100 *мм* насыпают крупную насадку, представляющую собой спираль из

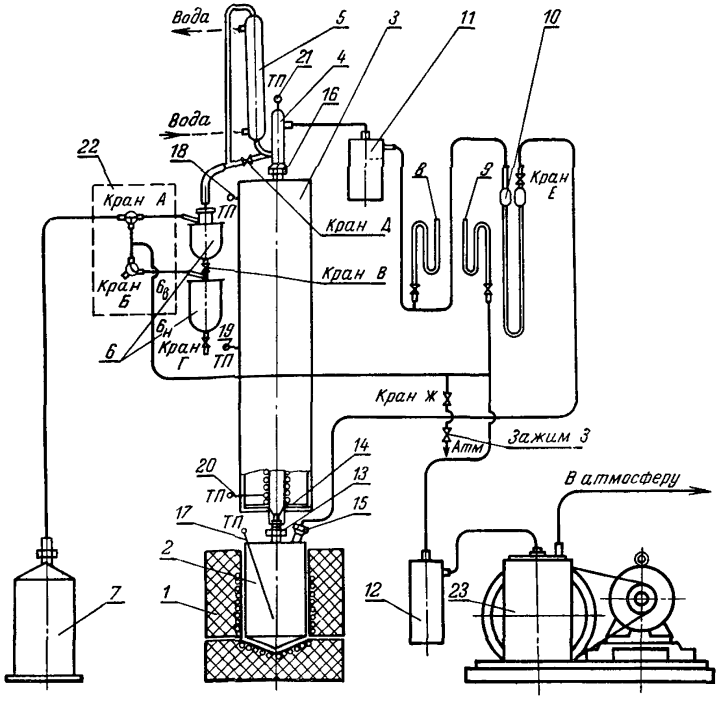
Внесен Государственным комитетом нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности при Госплане СССР

Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 1/VIII 1964 г.

Срок введения 1/I 1965 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

Схема технологического блока аппарата АРН-2



Черт. 1

нихромовой проволоки диаметром 0,5 *мм*, высотой отрезка спирали 12 *мм* и диаметром витка спирали 5 *мм*; далее по всей высоте колонки насыпают мелкую насадку также из нихромовой проволоки диаметром 0,5 *мм*, высотой отрезка спирали 6 *мм* и диаметром витка спирали 3 *мм*.

Колонка имеет электрообогрев и покрыта толстым слоем изоляции.

Температуру в колонке измеряют в трех точках (верх, середина и низ) с помощью термопар, вставляют в припаянные к колонке карманы *18*, *19*, *20*.

Кубик *2*, служащий для загрузки нефти или нефтепродукта, имеет карман для термопары *17* и открытую трубку *15*, которая через гайку и переходную трубку соединена с дифференциальным манометром *10*. Кубик с помощью накидной гайки *13* соединяется с колонкой *3*.

Аппарат снабжен двумя кубиками на разную загрузку (1,9 и 3,0 *л*).

Узел конденсации, предназначенный для полной конденсации паров, возврата части конденсата в виде орошения и для отбора конденсата, состоит из головки-конденсатора *4* и обратного холодильника *5* с краном для отбора дистиллята.

Головка-конденсатор соединена с помощью накидной гайки *16* с колонкой *3*.

Температуру в ней измеряют термопарой *21*, которая вставляется в карман головки-конденсатора.

Электрическая печь *1*, состоящая из двух самостоятельных секций обогрева (дно и бока), обеспечивает нагрев нефти или нефтепродуктов до 360° С.

Приемник представляет собой две стеклянные воронки *6в*, *6н* типа делительных, соединенных между собой краном *В*.

Дифференциальный манометр *10* служит для замера перепада давления между кубиком и верхом колонки.

В манометр наливают керосин плотностью 0,830—0,840 *г/см*^{3} при 20° С.

Ртутные вакуумметры 8 и 9 служат для замера остаточного давления при отборе керосиновых и масляных фракций во время работы вакуумного насоса *23*.

Вакуумметр *8* служит для замера остаточного давления в парах; его показания используются при пересчете температуры кипения в вакууме в температуру кипения при атмосферном давлении.

Вакуумметр *9* служит для замера остаточного давления в нижней воронке приемника *6н* при смене фракций во время перегонки под вакуумом.

Буферная емкость *7* служит для поддерживания вакуума в системе при перемене фракций.

Ловушка *11*, устанавливаемая между головкой конденсатора *4* и вакуумметром *8*.

Ловушка *12*, устанавливаемая между вакуумным насосом *23* и вакуумметром *9*.

Краны манифольда *22* служат для обеспечения отбора фракций под вакуумом.

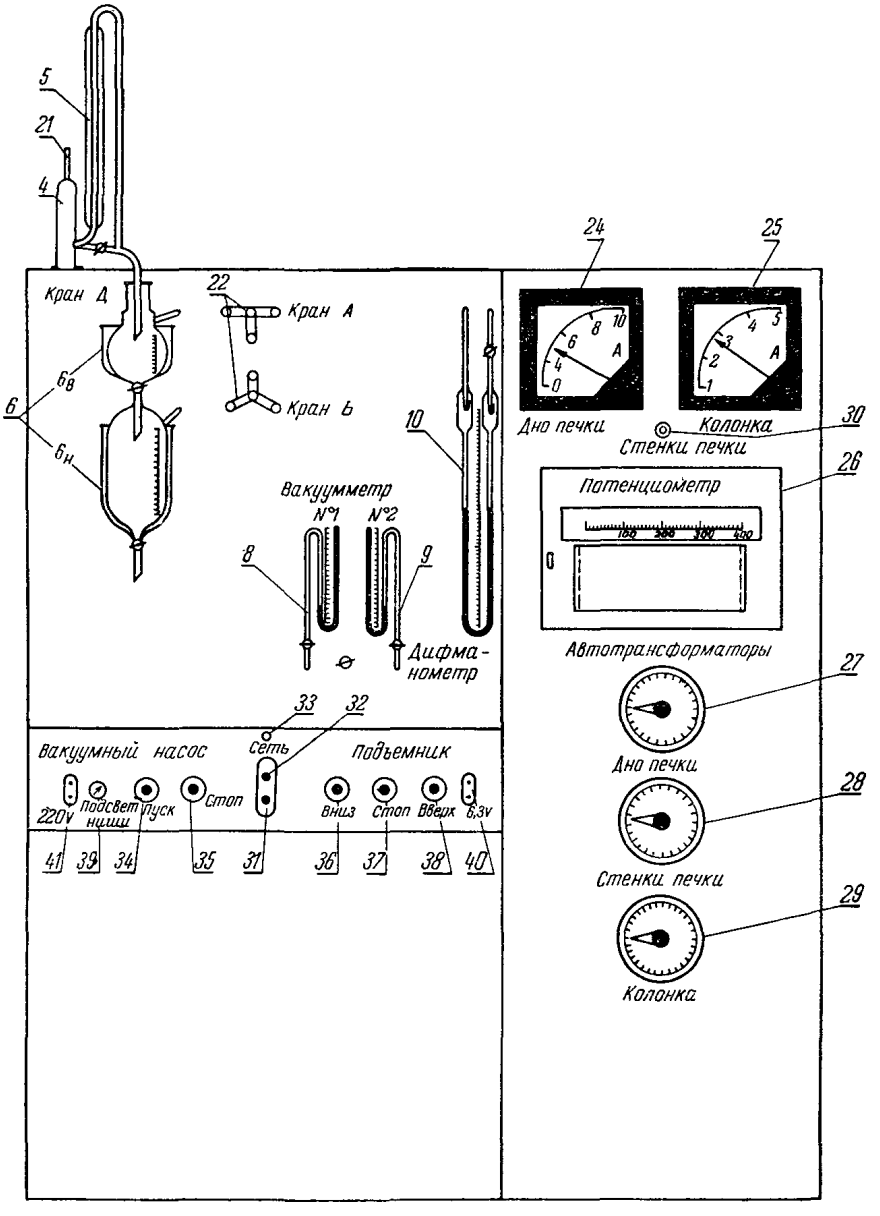
Кран *А* — трехходовой, кран *Б* — полулунный.

Термопары *17*, *18*, *19*, *20*, *21* рассчитаны на температуру от 0 до 400° С.

Электрический блок (черт. 2) включает: автоматический потенциометр *26*, три автотрансформатора *27*, *28*, *29*, два амперметра *24*, *25*, семь кнопок управления *31*, *32*, *34*, *35*, *36*, *37*, *38*, две сигнальные лампы *30*, *33* и две розетки *40*, *41*.

Автоматический потенциометр *26* марки ПС1-08 одновременно регистрирует температуру в пяти точках: в головке-конденсаторе, вверху, в середине, внизу колонки и в кубике.

Схема электрического блока аппарата АРН-2



Черт. 2

Лабораторные автотрансформаторы *27*, *28*, *29* типа ЛАТР-1 осуществляют регулировку обогрева дна и стенки печи и колонки. Пределы регулировки автотрансформаторов от 0 до 250 *в*, сила тока 9 *а*.

Амперметры *24*, *25* служат для контроля нагрева дна печи (амперметр на 10 *а*) и колонки (амперметр на 5 *а*).

Глазок *30* служит для контроля включения или выключения нагрева стенок печи.

При помощи кнопок управления *31*, *32* аппарат включают или отключают от электросети, что фиксируется глазком *33*.

Подъем, остановка и опускание печи происходят автоматически путем нажатия соответствующих кнопок *36*, *37*, *38* на щите управления.

При помощи кнопок *34* и *35* *Пуск* и *Стоп* соответственно включается и выключается вакуумный насос. С помощью кнопок *38*, *37*, *36* *Вверх*, *Стоп*, *Вниз* соответственно поднимается вверх, останавливается и опускается электропечь. При помощи выключателя *39* производится подсвет вакуумных приемников.

Аппарат снабжен двумя розетками — одна розетка *40* на 6,3 *в* служит для нагрева электрокрючка, вторая розетка *41* на 220 *в* служит для включения, в случае надобности, переносной лампы.

Бензин авиационный марки Б-70 по ГОСТ 1012—54.

Спирт очищенный крепостью не менее 96%.

Бензол реактив по ГОСТ 5955—51, или бензол нефтяной чистый по ГОСТ 9572—60, или бензол каменноугольный чистый по ГОСТ 8448—61.

Спирто-бензольная смесь в соотношении 1 : 1.

Керосин осветительный по ГОСТ 4753—49 для заполнения дифференциального манометра.

Смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433—60.

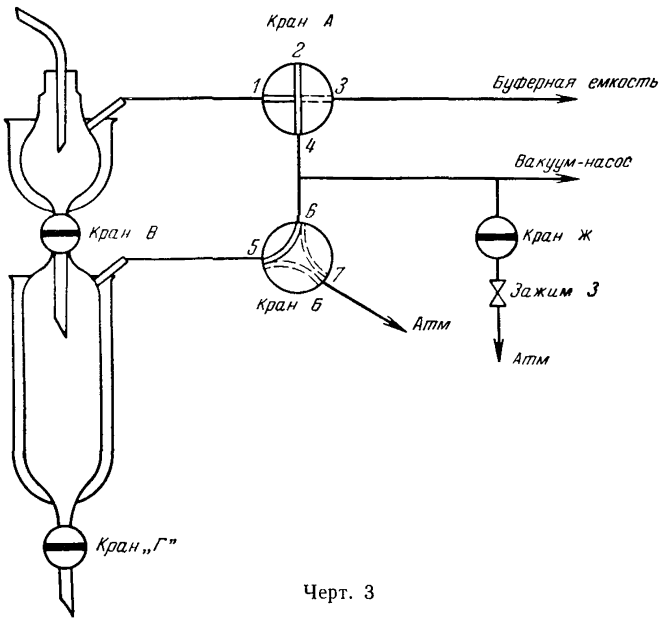
Ткань асбестовая или из стеклянного волокна.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Подготовка пробы нефти или нефтепродукта к испытанию. Для перегонки на аппарате АРН-2 допускается нефть, или нефтепродукт с содержанием воды не более 0,5%. В случае большего содержания воды нефть или нефтепродукт подвергают предварительному обезвоживанию.

3. Подготовка аппарата к испытанию. Перед началом работы аппарат проверяют на герметичность.

Для этого сначала кран *А* (черт. 3) ставят в положение *1*, *3*, *4*, кран *Б* ставят в положение *6*, *7* для соединения вакуумного насоса с атмосферой, кран *Г* закрывают, кран *В* открывают, кран *Ж* закрывают. Включают вакуумный насос и кран *Б* переводят в положение *5*, *6*.



Черт. 3

После того, как остаточное давление достигнет 1—2 *мм рт. ст.*, кран *А* переводят в положение *1, 2, 3*, а затем кран *Б* переводят в положение *6, 7*. Вакуумный насос останавливают.

Если аппарат собран герметично, то остаточное давление 1—2 *мм рт. ст.* в системе не изменяется в течение 1—2 *ч*. Если аппарат не держит вакуум, его проверяют по частям для установления и устранения места течи.

После каждой перегонки аппарат промывают бензином. Для промывки требуется около 1 *л* бензина.

После проведения 10—12 перегонок производят более тщательную промывку аппарата, вначале спирто-бензольной смесью, а затем бензином.

При работе с высокосмолистыми и высокосернистыми нефтями указанную промывку производят после каждой перегонки.

После промывки аппарат продувают воздухом.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Атмосферная перегонка. Перед началом перегонки все краны смазывают смазкой ЦИАТИМ-221 (необходимо следить, чтобы смазка не попала в отверстия кранов).

Краны манифольда ставят согласно обозначениям на черт. 3 в следующие положения: кран *А* в положение *1*, *2*, *4*, кран *Б* — в положение *5*, *7*, кран *В* открывают, кран *Г* закрывают, кран *Ж* и зажим *3* открывают.

В холодильник *5* узла конденсации (черт. 1 и 2) пускают воду, в рубашки воронок *6в* и *6н* (черт. 1) загружают лед.

Образец нефти или нефтепродукта в количестве 1,9 или 3,0 *л* наливают в кубик через горловину (черт. 1). Кубик *2* соединяют с колонкой *3* через накидную гайку *13*, которую плотно завинчивают. Трубку *15* соединяют открытым концом через накидную гайку и переходную трубку с дифференциальным манометром *10*.

В карман для термопары вставляют термопару *17* (черт. 1).

Для уменьшения потерь тепла место соединения кубика с колонкой и колонки с головкой-конденсатором закрывают стеклянной или асбестовой тканью.

Кран *Д* (черт. 1 и 2) до начала перегонки закрывают.

Для проведения атмосферной перегонки аппарат включают в электросеть нажимом кнопки *31*, при этом должна загореться сигнальная лампа *33*. Нажимом кнопки *38 Вверх* поднимают электропечь. Включают потенциометр. Включают обогрев дна печи и колонки вводом автотрансформаторов *27*, *29* (черт. 2).

Обогрев регулируют так, чтобы разгонка началась приблизительно через 1,5—2 *ч*.

Кран *Д* (черт. 1) закрыт до тех пор, пока не установится равновесие в колонке. Признаком установления равновесия служит остановка температуры в парах, которая вначале при появлении флегмы сразу поднимается, а затем устанавливается по мере накопления легких продуктов в верхней части колонки.

После этого кран *Д* (черт. 1) открывают и начинают отбор фракций.

Скорость перегонки 3—4 *мл/мин*.

В зависимости от цели перегонки фракции отбирают в пределах заданных температур или по заданному объему или весу.

Отбор фракций при атмосферном давлении производят до температуры 200° С (в случае высокосернистых и высокосмолистых нефтей — до 180° С).

Фракции собирают в тарированные колбы и взвешивают.

Отбор фракций, выкипающих до 200° С, продолжается около 6—7 *ч*.

После того, как температура в парах достигнет 200° С, атмосферную перегонку прекращают: выключают обогрев печи и колонки выводом автотрансформаторов *27*, *29* (черт. 2), опускают печь нажимом кнопки *36 Вниз*, выключают потенциометр. Прекращают доступ воды в холодильник *5* путем перекрытия водяного крана.

Нажимом кнопки *32* (черт. 2) аппарат отключают от электросети.

5. Вакуумная перегонка. После отбора бензиновых фракций при атмосферном давлении начинают вакуумную перегонку. Фракции, выкипающие при температуре в пределах от 200 до 320° С, отбирают при остаточном давлении, равном 10 *мм рт. ст.*; фракции, выкипающие выше 320° С, — при остаточном давлении 1—2 *мм рт. ст.* Пересчет температур производят по номограмме, приведенной на черт. 4.

Перед началом вакуумной перегонки тщательно смазывают все краны.

При отборе фракций, выкипающих при температуре от 200 до 320° С, в холодильник *5* (черт. 1) пускают воду, в рубашки приемников *6в* и *6н* наливают холодную воду. Перед началом перегонки краны манифольда ставят согласно обозначениям на черт. 3 в следующие положения: кран *А* в положение *1*, *3*, *4*, кран *Б* в положение *5*, *6*; кран *В* открывают, кран *Г* закрывают, кран *Д* и зажим *З* полностью открывают.

Для проведения вакуумной перегонки нажимом кнопки *31* (черт. 2) аппарат включают в электросеть. Поднимают электропечь нажимом кнопки *38 Вверх*, включают потенциометр, включают обогрев дна печи и колонки вводом автотрансформаторов *27*, *29*. Нажимом кнопки *34 Пуск* включают вакуумный насос. Постепенным завинчиванием зажима *З* (черт. 3) остаточное давление доводят до 10 *мм рт. ст.* по показанию вакуумметра *8* (черт. 1).

Обогрев регулируют так, чтобы перегонка началась приблизительно через 2—2,5 *ч*.

Кран *Д* (черт. 1), так же как и при атмосферной перегонке, не открывают до тех пор, пока не установится равновесие в колонке.

При нормальном режиме во время отбора керосиновых фракций давление дифференциального манометра не превышает 200 *мм* керосинового столба и при последующем отборе масляных фракций 50—100 *мм*.

После того, как в колонке установится равновесие, начинают отбор фракций.

При смене фракций перегонку не прекращают, остаточное давление в системе поддерживают за счет буферной емкости *7* (черт. 1).

Для смены фракций закрывают кран *В* (черт. 3), кран *Б* плавно ставят в положение *5*, *7* для соединения нижней воронки приемника с атмосферой, затем открывают кран *Г* и фракцию спускают в тарированную колбу.

Далее кран *Г* закрывают, кран *А* переводят в положение *1*, *2*, *3* и кран *Б* ставят в положение *5*, *6* для откачивания воздуха из нижней воронки.

После того, как остаточное давление в нижней воронке сравняется с остаточным давлением в остальной системе, что фиксируется показаниями вакуумметров *8*, *9* (черт. 1), кран *В* открывают, кран *А* ставят в положение *1*, *3*, *4* и перегонку продолжают.

При 10 *мм рт. ст.* отбирают фракцию от 200 до 320° С в парах при пересчете на нормальное давление.

Как только температура в парах достигнет 320° С, выключают обогрев печи и колонки. Через 5—7 *мин* остаточное давление доводят до 1—2 *мм рт. ст.*, постепенно закрывая кран *Ж* (черт. 1), и снова включают обогрев печи и колонки.

Доступ воды в холодильник прекращают, в рубашки приемника наливают горячую воду.

Для подогрева парафинистых продуктов, проходящих через краны *В* и *Г* (черт. 1), служит электрокрючок, который нагревается через розетку *40* (черт. 2) при включении в электросеть.

Смена фракций при остаточном давлении 1—2 *мм рт. ст.* происходит так же, как и при отборе керосиновых фракций (при 10 *мм рт. ст.*).

После окончания перегонки выключают потенциометр, выключают обогрев печи и колонки, опускают печь, кран *А* (черт. 3) ставят в положение *1*, *2*, *3*, кран *Б* в положение *6*, *7* и после этого выключают насос.

Колонку и кубик охлаждают до комнатной температуры. Затем кран *Б* (черт. 3) ставят в положение *5*, *7*, кран *А* в положение *1*, *3*, *4*, т. е. всю систему соединяют с атмосферой. После этого кубик отсоединяют от колонки и из него выливают остаток.

6. Допускаемые расхождения для параллельных определений. Расхождения между параллельными перегонками не должны превышать, считая на нефть и нефтепродукт:

1% (вес) при отборе фракций до 350° С,

1,5% (вес) при отборе фракций выше 350° С.

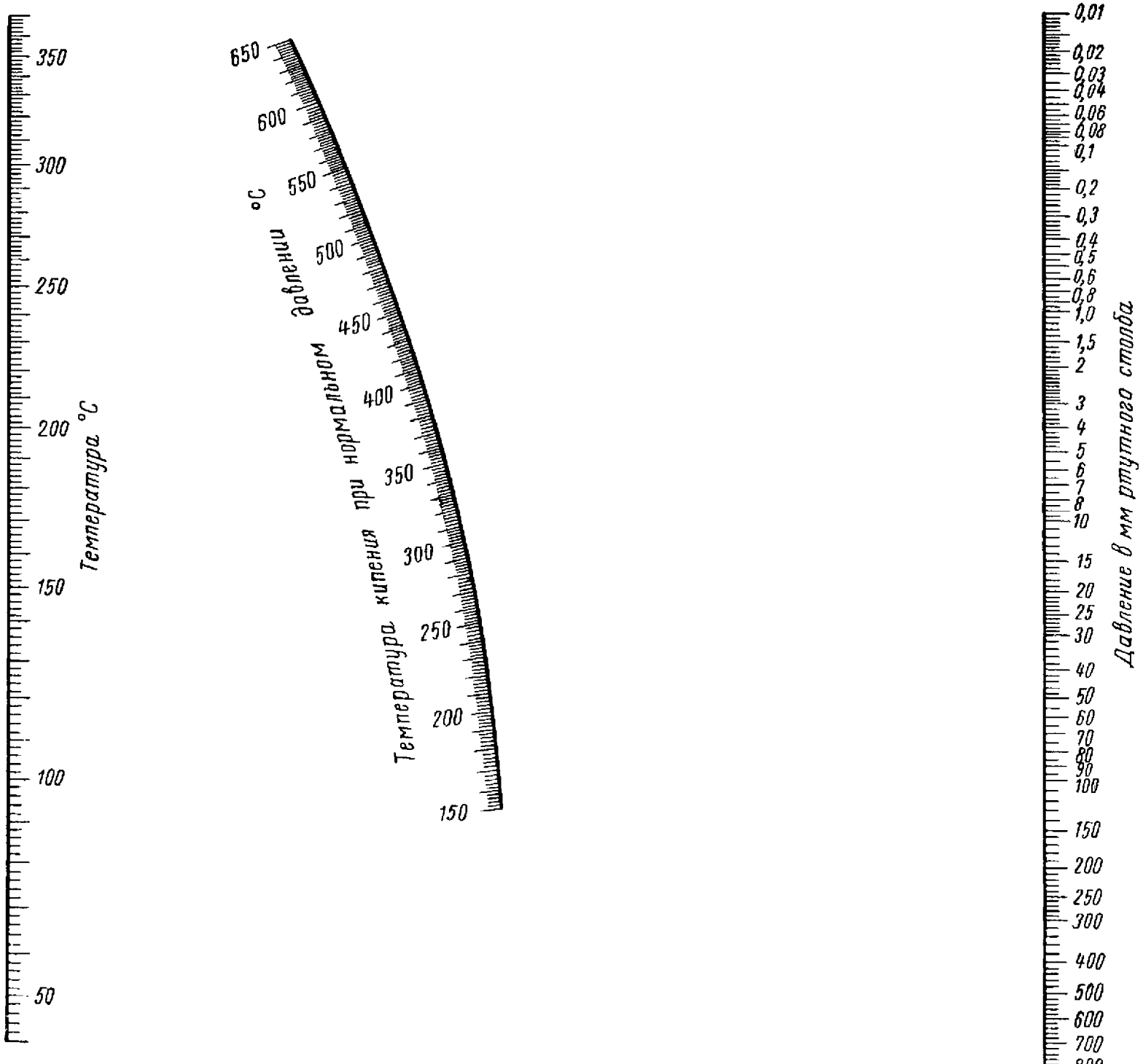
Потери при перегонке не должны превышать 1,0%.

Температура, °С
350
300
250
200
150
100
50
Температура кипения при нормальном давлении, °С
650
600
550
500
450
400
350
300
250
200
150
Давление в мм ртутного столба
0,01
0,02
0,03
0,04
0,06
0,08
0,1
0,2
0,3
0,4
0,5
0,6
0,8
1,0
1,5
2
3
4
5
6
7
8
10
15
20
25
30
40
50
60
70
80
90
100
150
200
250
300
400
500
600
700
800

Черт. 4

к ГОСТ 11011—64 Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2

Вместо изданной номограммы для пересчета температур (черт. 4) следует пользоваться номограммой, приведенной ниже:



Изменение № 1 ГОСТ 11011—64 Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.02.80 № 952 срок введения установлен

с 01.06.80

Вводную часть после слова: «перегонкой» дополнить словами: «на аппарате АРН-2».

Вводную часть дополнить новым абзацем:

«На аппарате АРН-2 перегоняют нефти до температуры 500°С. Перегонку высокосмолистых, высокосернистых и высокопарафинистых нефтей прекращают при 450—480°С во избежание разложения».

Пункт 1. Шестой абзац. Исключить слова «на высоту 80—100 мм»; после слов «крупную насадку» дополнить словами: «в количестве 150 $см^3$»; после слов «мелкую насадку» дополнить словами: «в количестве 1400 $см^3$»; дополнить словами: «Во избежание уплотнения к мелкой насадке добавляют 250—270 $см^3$ крупной. Объем насадки измеряют цилиндром по ГОСТ 1770—74»; пункт после 10 абзаца дополнить новым: «Верх кубика, верх колонки и переточную трубку головки конденсатора изолируют теплоизоляционным материалом. Кроме того, переточную трубку от крана Д (черт. 1) до приемника снаб-

(Продолжение см. стр. 48)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11011—64)

жают электрообогревом, для включения которого используют розетку 41 (черт. 2)»;

14 абзац. Заменить температуру: 360°С на 380—400°С;

17 абзац изложить в новой редакции:

«В манометр наливают керосиновую фракцию».

Пункт 1 дополнить словами:

«Секундомер любого типа. Цилиндр вместимостью 50 или 100 $см^3$ по ГОСТ 1770—74»;

Заменить ссылки: ГОСТ 1012—54 на ГОСТ 1012—72; ГОСТ 5955—51 на ГОСТ 5955—75; ГОСТ 9572—60 на ГОСТ 9572—77; ГОСТ 8448—61 на ГОСТ 8448—78; ГОСТ 4753—49 на ГОСТ 4753—68.

Пункт 2 после слов «к испытанию» дополнить словами: «В исследуемом образце нефти предварительно определяют массовую долю растворенного в ней газа, включая C_4H_{10} по ГОСТ 13379—77».

Пункт 3 дополнить словами:

«После 25—30 перегонок на аппарате АРН-2, с учетом качества перегоняемых нефтей, 1—3 раза в год насадку в колонке обновляют. Для этого из колонки высыпают всю насадку, прокаливают ее в муфельной печи при температуре 500—600°С до удаления кокса, затем охлаждают, перебирают и засыпают в колонку. В случае необходимости добавляют новую насадку, приготовленную в соответствии с размерами, указанными в п. 1, на 3—4 мм ниже верха колонки».

(Продолжение см. стр. 49)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11011—64)

Пункт 4. Восьмой абзац дополнить словами:

«Обогрев стенки печи не включают во избежание разложения паров перегоняемой нефти»;

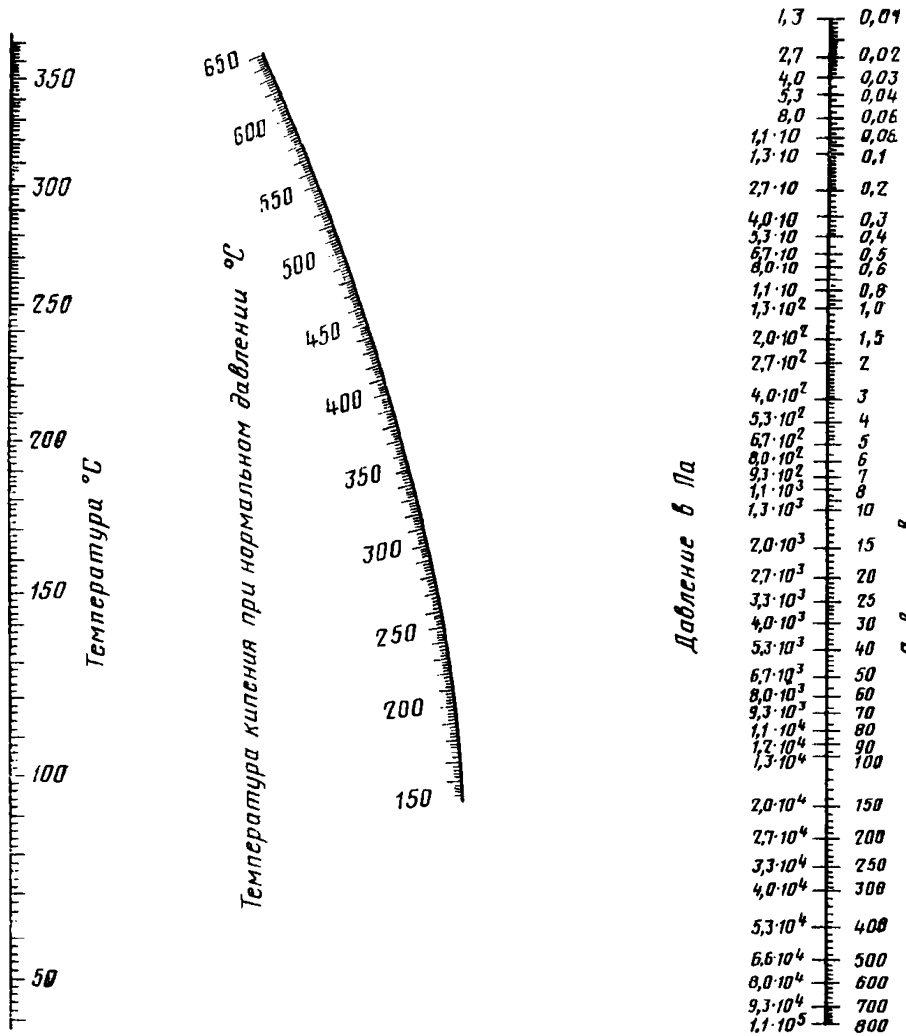
12 и 13 абзацы изложить в новой редакции:

«Перегонку нефти проводят со скоростью 3—4 $см^3$/мин при загрузке 3 $дм^3$ и 2—2,5 $см^3$/мин при загрузке 1,9 $дм^3$. Скорость перегонки контролируют с помощью секундомера и измерения объема дистиллята в приемниках или цилиндре. Заданную скорость регулируют краном и электрообогревом печи и колонки при постоянном перепаде давления в дифференциальном манометре.

При нормальном режиме работы аппарата разность температуры в парах и в кубике во время отбора бензиновых фракций должна быть выше 100°С.

Чертеж 4 заменить новым

Номограмма для пересчета температур кипения в вакууме к температурам кипения при нормальном давлении. (Г. О. Р.)



(Продолжение см. стр. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11011—64)

Пункт 5. Первый абзац после слов «по номограмме» дополнить словами: 10Р;

седьмой абзац изложить в новой редакции:

«При нормальном режиме работы аппарата разность температур жидкости в кубике и паров в головке конденсатора должна быть: для керосиновых фракций 80—100°С, для дизельных и масляных фракций 40—80°С.

Показания дифференциального манометра (мм керосинового столба) при отборе керосино-газойлевых и масляных фракций не должны превышать 100 мм»;

13 абзац. Заменить значение: 10 на 10—12.

Пункт 5 дополнить новым абзацем:

«При проведении вакуумной перегонки в тот же день сразу после атмосферной отключают обогрев колонки и кубика (опускают печь). После того, как в кубике температура понизится до 180—200°С, включают вакуумнасос и создают вакуум в системе, постепенно доводя его до остаточного давления 10—12 мм рт. ст. При замедлении скорости перегонки включают обогрев кубика и колонки».

(ИУС № 4 1980 г.)