

## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НЕФТЕПРОДУКТЫ И УГЛЕВОДОРОДНЫЕ  
РАСТВОРИТЕЛИГОСТ  
12329-77Метод определения анилиновой точки  
и ароматических углеводородов

Взамен

ГОСТ 12329-66

Petroleum products and hydrocarbon solvents.

Method for determination of aniline point and aromatic hydrocarbons

МКС 75.080  
ОКСТУ 0209Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 сентября 1977 г. № 2309  
дата введения установлена

01.07.78

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2-92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2-93)

Настоящий стандарт устанавливает метод определения анилиновой точки нефтепродуктов и углеводородных растворителей с началом кипения выше комнатной температуры, анилиновая точка которых ниже температуры начала кипения и выше температуры застывания смеси (анилин-проба), а также метод определения ароматических углеводородов.

Анилиновая точка — минимальная температура, при которой равные объемы анилина и испытуемого продукта полностью смешиваются при нормальных условиях.

Определение ароматических углеводородов методом анилиновых точек основано на определении температур взаимного растворения равных объемов анилина и растворителя до и после удаления из растворителя ароматических углеводородов.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4535-84 (метод А) и международному стандарту ИСО 2977-74 (метод 1) в части определения анилиновой точки.

## 1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Прибор, состоящий из пробирки, изготовленной из термостойкого стекла, диаметром  $(25 \pm 1)$  мм, толщиной стенки  $(1,2 \pm 0,2)$  мм и высотой  $(150 \pm 3)$  мм, вставленной на корковой пробке в пробирку-муфту из термостойкого стекла внешним диаметром от 37 до 42 мм, толщиной стенки  $(1,8 \pm 0,4)$  мм и высотой  $(175 \pm 3)$  мм; внутренняя пробирка закрывается корковой пробкой со вставленным в нее термометром и мешалкой (чертеж).

Мешалка из мягкой стальной проволоки диаметром 2 мм, имеющая на нижнем конце концентрическое кольцо диаметром 19 мм; верхний конец отогнут под прямым углом и имеет длину около 55 мм, длина мешалки  $(200 \pm 3)$  мм. При автоматическом перемешивании применяют мешалку, выполненную в виде стержня длиной не более 450 мм. В качестве направляющего устройства для мешалки используется стеклянная трубка длиной около 65 мм и внутренним диаметром 3 мм.

Колонка адсорбционная, представляющая собой стеклянную трубку диаметром около 10 мм, высотой около 700 мм, суженную в нижней части, диаметр суженной части 1,5—2,0 мм, высота  $(40 \pm 2)$  мм, в верхней части колонки имеется расширение для загрузки силикагеля, диаметром  $(25 \pm 2)$  мм, высотой  $(90 \pm 3)$  мм.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., мае 1985 г.  
(ИУС 11-81, 10-85).

Термометр ТН 5 или ТИН7-2, ТИН7-3, ТИН7-4 по ГОСТ 400-80.

Цилиндры 1-25 по ГОСТ 1770-74.

Пипетки 2-1-10, 3-1-10 или 6-1-5, 7-1-5 по НТД.

Пробирки П2-10-90 ХС по ГОСТ 25336-82.

Чашки фарфоровые 6, 7 или 8 по ГОСТ 9147-80.

Колба КН-2-500 или КН-2-100 по ГОСТ 25336-82.

Стакан В-1-600, В-2-600, В-1-1000, В-2-1000 ТХС по ГОСТ 25336-82, применяемый в качестве бани.

Рефрактометр типа Аббе или любой другой, обеспечивающий такую же точность измерения.

Шкаф сушильный или термостат, обеспечивающий нагрев до 200 °С.

Анилин свежепергнанный по ГОСТ 5819-78 ч.д.а. или ч.

Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83 с октановым числом  $0 \pm 0,2$ .

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166-76 или кальций сернокислый безводный.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363-80.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч. или ч.д.а.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87.

Формалин технический по ГОСТ 1625-89, 40 %-ный водный раствор.

Силикагель технический по ГОСТ 3956-76, марки АСКГ.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Вата стеклянная по ГОСТ 10727-91.

Весы технические любого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более 0,01 г.

Баня для охлаждения воздушная или заполненная прозрачной жидкостью (технический ректифицированный этиловый спирт и твердая углекислота).

Баня для подогрева, заполненная силиконовой жидкостью или любым светлым прозрачным теплоносителем с температурой вспышки не ниже 150 °С.

Баню не допускается заполнять водой, так как анилин гидроскопичен, что приводит к искажению результатов. Допускается применять инфракрасную лампу мощностью от 250 до 375 Вт с регулировкой подогрева.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76.

Воронка фильтровальная ВФ-1 по ГОСТ 25336-82.

Разд. 1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1а. Отбор проб проводят по ГОСТ 2517-85.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.1. Анилин сушат не менее 12 ч над гидроокисью калия или гидроокисью натрия, декантируют и затем перегоняют. Первые и последние 10 % дистиллята отбрасывают. Очищенный анилин при испытании с нормальным эталонным гептаном должен иметь анилиновую точку  $(69,3 \pm 0,2)$  °С. При несоответствии анилиновой точки указанному значению очистку анилина повторяют. Расхождение между двумя последовательными определениями не должно превышать 0,1 °С.

Анилин, подготовленный к испытанию, хранят в бутылке из темного стекла не более 24 ч. Допускается хранить подготовленный анилин в ампулах под вакуумом или в атмосфере азота в холодном и темном месте не более 6 мес.

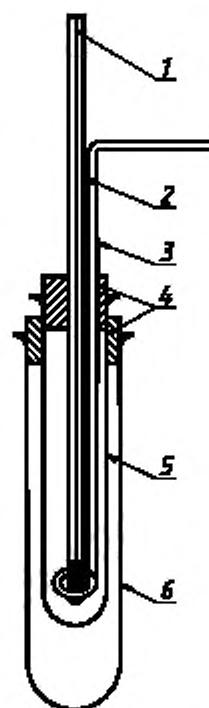
Анилин берут в пипетку только при помощи резиновой груши.

При работе с анилином необходимо соблюдать правила техники безопасности и применять защитные перчатки и очки.

Все работы с анилином необходимо вести в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Свежий силикагель выдерживают в сушильном шкафу при 150 °С—160 °С в течение 8 ч. Горячий силикагель переносят в нагретую колбу, которую немедленно плотно закрывают и охлаждают до комнатной температуры.



1 — термометр; 2 — гибкая проволочная мешалка; 3 — стеклянная трубка; 4 — пробки; 5 — пробирка; 6 — рукоятка

## С. 3 ГОСТ 12329—77

2.3. В нижнюю часть адсорбционной колонки помещают стеклянную вату и небольшими порциями насыпают 18—20 г силикагеля, уплотняя его постукыванием по стенке колонки. Уровень силикагеля должен быть на 20—25 мм ниже расширенной части колонки. Колонку укрепляют в штативе в вертикальном положении.

2.4. Пробу нефтепродукта или растворителя предварительно высушивают, энергично встряхивая ее в течение 5 мин с безводным сульфатом кальция или безводным сульфатом натрия в количестве 10 % от объема пробы. Удаляют суспендированный осушитель центрифугированием или фильтрацией.

Высоковязкие продукты нагревают до температуры, не вызывающей потерь легких фракций или дегидратации осушивающего вещества (т.е. при применении сульфата натрия — до 30 °С и сульфата кальция — до 110 °С).

Если в продукте содержится эмульгированная вода, ее удаляют центрифугированием.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5. Для удаления из нефтепродукта или растворителя ароматических углеводородов в адсорбционную колонку, заполненную свежей порцией силикагеля, наливают около 15 см<sup>3</sup> испытуемого нефтепродукта или растворителя и после того, как он полностью впитается в силикагель, добавляют в колонку 25—35 см<sup>3</sup> этилового спирта.

2.6. Деароматизированный нефтепродукт или растворитель собирают с низа колонки в градуированные пробирки: первую порцию в количестве 5 см<sup>3</sup>, две последующие по 1,0 см<sup>3</sup>, остальные по 0,5 см<sup>3</sup>. В отобранных порциях нефтепродукта или растворителя качественно определяют ароматические углеводороды по формалиновой реакции. Для этого к 1—2 каплям деароматизированного нефтепродукта или растворителя добавляют 1 см<sup>3</sup> кислоты и 2—3 капли 40 %-ного водного раствора формалина. Образование темного кольца на границе раздела серная кислота — испытуемый раствор указывает на наличие в пробе ароматических углеводородов.

Отсутствие в нефтепродукте или растворителе ароматических углеводородов может быть так же проверено по коэффициенту рефракции в отбираемых порциях нефтепродукта или растворителя. Увеличение коэффициента рефракции в последовательно отобранный порции нефтепродукта или растворителя на 0,0005 указывает на наличие ароматических углеводородов.

Отбор нефтепродукта или растворителя из адсорбционной колонки прекращают при обнаружении в очередной порции нефтепродукта или растворителя ароматических углеводородов. Порции нефтепродукта или растворителя, не содержащие ароматических углеводородов, смешивают.

2.7. Деароматизацию растворителей, выкипающих в пределах 180 °С—240 °С, проводят по ГОСТ 27808—88, применяя 98,5—99 %-ную серную кислоту, приготовленную по ГОСТ 6994—74, разд. 2.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Определение анилиновой точки нормального эталонного гептана, исходного и деароматизированного нефтепродукта или растворителя.

Для определения анилиновой точки во внутреннюю пробирку прибора наливают пипеткой равные объемы анилина и пробы (нормального эталонного гептана, исходного или деароматизированного нефтепродукта или растворителя): при проведении серийных испытаний — по 3 см<sup>3</sup>, при разногласиях в оценке качества продукции — по 10 см<sup>3</sup>.

Пробу высоковязких нефтепродуктов взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Массу определяют при комнатной температуре, значение плотности определяют по ГОСТ 3900—85. Пробирку закрывают пробкой со вставленными в нее термометром и мешалкой и помещают в пробирку-муфту. Метка погружения термометра должна совпадать с уровнем жидкости в пробирке, ртутный шарик не должен касаться стенки пробирки и должен находиться на линии раздела нефтепродукта или растворителя и анилина. Прибор помещают в силиконовую баню. Баню нагревают со скоростью 1—3 °С/мин, перемешивая при этом силиконовую жидкость мешалкой.

Во время нагрева бани содержимое пробирки быстро перемешивают до полного смешения исследуемого продукта с анилином при длине хода мешалки 13 мм, не допуская разбрзгивания и образования воздушных пузырьков.

После того, как раствор в пробирке станет совершенно однородным и прозрачным, нагрев бани прекращают и, продолжая перемешивание раствора, охлаждают его со скоростью от 0,5 до

1,0 °C/мин, наблюдая при этом за появлением муты. В момент образования равномерной муты, резко распространяющейся на всю массу жидкости и скрывающей ртутный шарик термометра, отмечают с точностью до 0,1 °C температуру — анилиновую точку испытуемого продукта.

Пробу с анилином подогревают и охлаждают с указанной скоростью до получения трех последовательных результатов измерений, расхождение между которыми должно быть не более 0,1 °C. Если не достигнута указанная точность, определение повторяют с новой порцией пробы сухого анилина в чистой сухой аппаратуре.

Если пробы с анилином образует при комнатной температуре однородную смесь, пробирку с пробиркой-муфтой помещают в охлаждающую баню, заполненную спиртом с твердой углекислотой, и смесь охлаждают при постоянном перемешивании со скоростью от 0,5 до 1 °C/мин до появления муты.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. За анилиновую точку принимают среднюю температуру трех определений с учетом поправки на погрешность калибровки термометра, округляемой до 0,05 °C.

4.2. Массовую долю ароматических углеводородов в нефтепродукте или растворителе ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = (T_1 - T_2) \cdot K,$$

где  $T_1$  — анилиновая точка деароматизированного нефтепродукта или растворителя;

$T_2$  — анилиновая точка исходного нефтепродукта или растворителя;

$K$  — анилиновый коэффициент, указанный в таблице.

$(T_1 - T_2)$ , °C	Анилиновый коэффициент $K$		
	Растворители, выкипающие в пределах 60 °C—130 °C	Уайт-спирит	Растворители, выкипающие в пределах 180 °C—240 °C
До 1,5	1,00	—	—
Св. 1,5 до 2,0	1,08	—	1,46
* 2,0 * 3,0	1,12	—	1,46
* 3,0 * 4,0	1,15	—	1,45
* 4,0 * 5,0	1,18	—	1,45
* 5,0 * 6,0	—	1,31	1,44
* 6,0 * 8,0	—	1,30	1,43
* 8,0 * 10,0	—	1,29	1,42
* 10 * 12,0	—	1,28	1,41
* 12 * 14,0	—	1,27	1,39

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4.3. Сходимость

Два результата определения, полученные последовательно одним лаборантом, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,2 °C.

#### Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,5 °C.

(Измененная редакция, Изм. № 2).