

**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**

**НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ**

**Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2**

**ГОСТ  
11011—85**

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

МКС 75.040  
ОКСТУ 0209

Дата введения **01.01.86**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения фракционного состава нефти и нефтепродуктов при атмосферном давлении и под вакуумом для построения кривой истинной температуры кипения (ИТК) нефти и нефтепродуктов, установления потенциального содержания в нефти отдельных фракций, нефтепродуктов или их компонентов и получения фракций нефти с целью исследования их физико-химических свойств группового и индивидуального углеводородного состава.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

Аппарат АРН-2, рассчитанный на перегонку нефти до 450 °С — 500 °С, состоящий из технологического (черт. 1) и электрического блоков, которые смонтированы в одном металлическом каркасе (черт. 2).

Аппарат снабжен вакуумным насосом типа ВН-461-М или пластинчато-роторным типа 2НВр-5ДМ, или любым другим, обеспечивающим остаточное давление до  $1,3 \cdot 10^2$  Па (1 мм рт. ст.) в течение 16 ч непрерывной работы, а также двумя кубиками на разную загрузку (1,9 и 3,0 дм<sup>3</sup>).

Ректификационная колонка диаметром 50 мм и высотой 1016 мм, обладающая погоноразделяющей способностью, соответствующей 20 теоретическим тарелкам при полном возврате орошения, имеющая электрообогрев и покрытая слоем изоляции.

Термопары, рассчитанные на температуру от 0 °С до 400 °С, которые вставляют в припаянные к колонке, кубики и головке конденсатора карманы.

Узел конденсации, предназначенный для полной конденсации паров, возврата части конденсата в виде орошения и для отбора конденсата, состоящий из конденсатора и обратного холодильника с краном для отбора дистиллята.

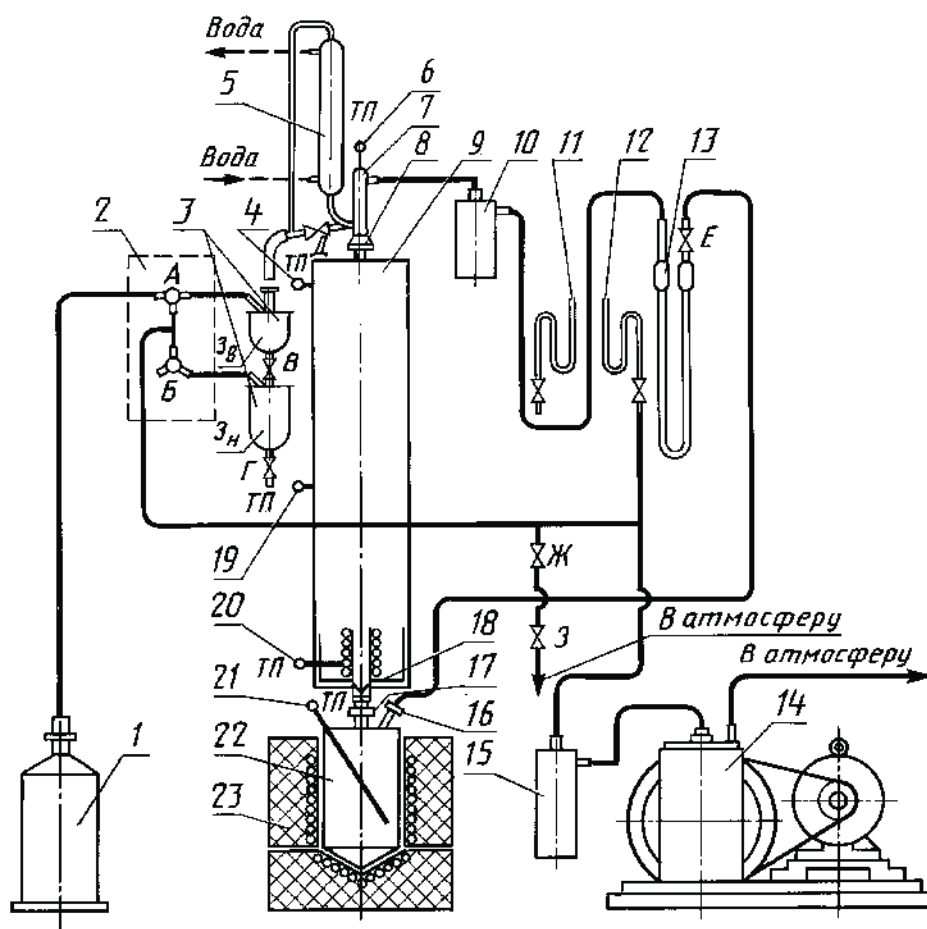
Электрическая печь, состоящая из двух самостоятельных секций обогрева (дно и бока), обеспечивающая нагрев нефти или нефтепродуктов до 380 °С — 400 °С.

Дифференциальный манометр, заполненный керосиновой фракцией, служащий для измерения перепада давления между кубиком и верхом колонки.

Краны манифольда (А и Б) и буферная емкость, служащие для выполнения операций по обеспечению установленного вакуума в системе при смене отбираемых фракций.

Ртутный вакуумметр 11 (черт. 1), служащий для измерения остаточного давления паров.

Ртутный вакуумметр 12 (черт. 1), служащий для измерения остаточного давления в нижнем приемнике при смене фракций во время перегонки под вакуумом.



1 — буферная емкость; 2 — манифольд; 3 — приемники; 4, 6, 19, 20, 21 — термопары; 5 — обратный холодильник; 7 — конденсатор; 8, 17 — накидные гайки; 9 — ректификационная колонка; 10, 15 — ловушки; 11, 12 — ртутные вакуумметры; 13 — дифференциальный манометр; 14 — вакуумный насос; 16 — трубка; 18 — решетка; 22 — кубик; 23 — печь; А — кран трехходовой; Б — полулунный кран; В, Г, Д, Ж, Е — краны; З — кран (зажим)

Черт. 1

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Нефрасы по ТУ 38.401—67—108 или фракция прямогонного бензина, соответствующего нефрасу.

Толуол реактивный по ГОСТ 5789 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710, или толуол каменноугольный и сланцевый по ГОСТ 9880.

Спирто-толуольная смесь 1:1.

Керосин осветительный или фракция, соответствующая этому керосину по фракционному составу для заполнения дифференциального манометра.

Смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433 или любая вакуумная смазка.

Секундомер.

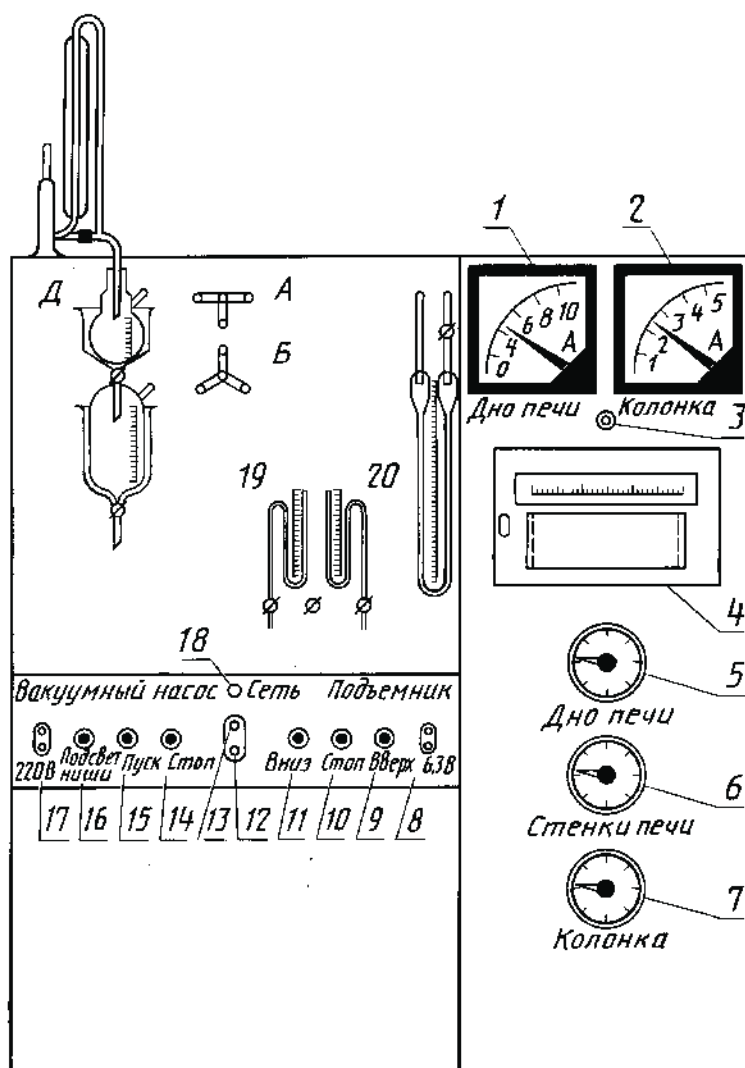
Цилиндр мерный вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Колбы любого исполнения типа П или Кн по ГОСТ 25336.

Ткань асбестовая или из стеклянного волокна.

Проволока нихромовая по ГОСТ 12766.1 марки Х20Н80-Н диаметром 0,5 мм.

Весы лабораторные общего назначения с пределом взвешивания 1000 в 10000 г 3-го класса точности.



1 — амперметр на 10 А; 2 — амперметр на 5 А; 3 — сигнальная лампа для контроля включения или выключения нагрева стенок печи; 4 — потенциометр автоматический марки ПС1—08 или КСП2—027; 5—7 — автотрансформаторы типа ЛАТР-1; 8 — розетка для нагрева электрокрючка; 9—15 — кнопки управления; 16 — лампа для подсвета ниши; 17 — розетка для включения переносной лампы или для обогрева переходной трубки от крана до приемника; 18 — сигнальная лампа для контроля включения или отключения аппарата от сети; 19, 20 — вакуумметры ртутные

Черт. 2

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

## 2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. В отобранной пробе нефти или нефтепродукта предварительно определяют по ГОСТ 13379 массовую долю растворенного в ней газа, включая бутан, которую используют при определении потенциального содержания нефтепродуктов.

Для перегонки на аппарате АРН-2 допускается нефть, газоконденсат или нефтепродукт с содержанием воды не более 0,5 % по ГОСТ 2477. При большем содержании воды нефть или нефтепродукт предварительно обезвоживают.

### 2.2. Подготовка аппарата

2.2.1. Колонку 9 заполняют насадкой следующим образом: на решетку 18 насыпают 150 см<sup>3</sup> крупной насадки, представляющей собой спираль из нихромовой проволоки, высотой отрезка спирали

## С. 4 ГОСТ 11011—85

( $12 \pm 1$ ) мм и диаметром витка спирали ( $5 \pm 1$ ) мм. Далее по всей высоте колонки насыпают  $1400 \text{ см}^3$  мелкой насадки из нихромовой проволоки, высотой отрезка спирали ( $6 \pm 1$ ) мм и диаметром витка спирали ( $3 \pm 1$ ) мм.

Во избежание уплотнения к мелкой насадке добавляют  $250\text{--}270 \text{ см}^3$  крупной. Объем насадки измеряют цилиндром.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.2. После 25—30 перегонок в аппарате АРН-2, с учетом качества перегоняемых нефтей, но не реже одного раза в год, насадку в колонке обновляют. Для этого из колонки высыпают всю насадку, прокаливают ее в муфельной печи при температуре  $500^\circ\text{C} \text{—} 600^\circ\text{C}$  до удаления кокса, затем охлаждают, перебирают и засыпают в колонку. В случае необходимости добавляют новую насадку, приготовленную в соответствии с п. 2.2.1, на 30—40 мм ниже верха колонки.

2.2.3. Верх кубика, верх колонки и переточную трубку головки-конденсатора изолируют теплоизоляционным материалом. Переточную трубку от крана Д (черт. 1) до приемника снабжают электрообогревом, для включения которого используют розетку 17 (черт. 2).

2.2.4. Проверяют аппарат на герметичность. Для этого кран А (черт. 3) ставят в положения 1, 3, 4; кран Б — в положения 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 положения 5, 6.

После того, как остаточное давление достигнет  $1,3 \cdot 10^2 \text{—} 2,7 \cdot 10^2 \text{ Па}$  (1—2 мм рт. ст.), кран А переводят в положения 1, 2, 3, а затем кран Б переводят в положения 6, 7. Вакуумный насос останавливают.

2.2.5. Если аппарат собран герметично, остаточное давление  $1,3 \cdot 10^2 \text{—} 2,7 \cdot 10^2 \text{ Па}$  (1—2 мм рт. ст.) в системе не изменяется в течение 15—20 мин. Если аппарат не держит вакуум, его проверяют по частям для установления и устранения места течи.

2.2.6. После каждой перегонки аппарат промывают  $1 \text{ дм}^3$  нефраса, затем продувают воздухом.

После проведения 10—12 перегонок аппарат промывают вначале спирто-толуольной смесью, а затем нефрасом.

При работе с высокосмолистыми нефтями с содержанием асфальтосмолистых веществ более 20% и высокосернистыми нефтями с содержанием серы более 2% аппарат промывают после трех перегонок спирто-толуольной смесью, затем нефрасом и продувают воздухом.

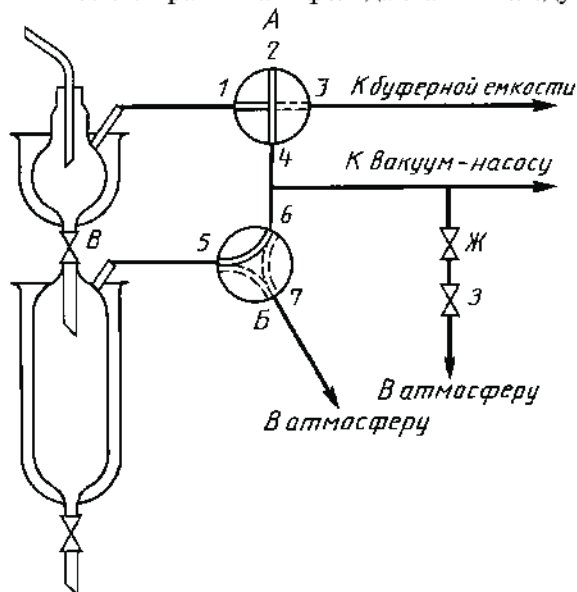
**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

### 3.1. Атмосферная перегонка

3.1.1. Перед началом перегонки все краны смазывают смазкой ЦИАТИМ-221 или другой вакуумной смазкой (необходимо следить, чтобы смазка не попала в отверстия кранов).

3.1.2. Краны манифольда ставят в следующие положения (черт. 3): кран А — 1, 2, 4; кран Б — 5, 7;



Черт. 3

кран В открывают, кран Г закрывают, кран Ж и зажим З открывают.

3.1.3. В холодильник 5 узла конденсации (черт. 1) пускают воду с температурой не выше  $25^\circ\text{C}$ , в рубашки приемников 3 (черт. 1) загружают лед.

3.1.4. Нефть или нефтепродукт в количестве 1,9 или  $3,0 \text{ дм}^3$  наливают в предварительно взвешенный кубик через горловину и взвешивают (черт. 1). Кубик соединяют с колонкой через накидную гайку 17, которую плотно завинчивают. Трубку 16 соединяют открытым концом через накидную гайку и переходную трубку с дифференциальным манометром 13.

3.1.5. В карман для термопары вставляют термопару 21 (черт. 1).

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

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