

Нефтепродукты и углеводородные растворители
**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНИЛИНОВОЙ ТОЧКИ
И СМЕШАННОЙ АНИЛИНОВОЙ ТОЧКИ**

Нафтапрадукты і вуглеводародныя растваральнікі
**МЕТАДЫ ВЫЗНАЧЭННЯ АНІЛІНАВАГА ПУНКТА
І ЗМЕШАНАГА АНІЛІНАВАГА ПУНКТА**

(ASTM D 611-07, IDT)

Издание официальное

БЗ 12-2009



Ключевые слова: нефтепродукты, растворители углеводородные, анилиновая точка, смешанная анилиновая точка, методы определения

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 8 декабря 2009 г. № 67

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 611-07 Standard Test Methods for Aniline Point and Mixed Aniline Point of Petroleum Products and Hydrocarbon Solvents (Стандартные методы определения анилиновой точки и смешанной анилиновой точки нефтепродуктов и смешанных углеводородных растворителей).

ASTM D 611-07 разработан комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.04.0D по физико-химическим методам испытаний.

В стандарт внесено редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM D с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» ссылочные международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2010

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода.....	2
5 Значение и применение метода.....	2
6 Аппаратура	2
7 Реактивы.....	3
8 Отбор проб	3
9 Методы определения анилиновой точки.....	3
10 Метод определения смешанной анилиновой точки	4
11 Протокол испытания.....	4
12 Точность и отклонение.....	4
Приложения А (обязательные).....	6
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту	12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты и углеводородные растворители
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АНИЛИНОВОЙ ТОЧКИ
И СМЕШАННОЙ АНИЛИНОВОЙ ТОЧКИНафтапрадукты і вуглеводародныя растваральнікі
МЕТАДЫ ВІЗНАЧЭННЯ АНІЛІНАВАГА ПУНКТА
І ЗМЕШАНАГА АНІЛІНАВАГА ПУНКТАPetroleum products and hydrocarbon solvents
Methods for determination of aniline point and mixed aniline point

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы определения анилиновой точки нефтепродуктов и углеводородных растворителей. Метод А применяется для испытания проб прозрачных продуктов с температурой начала кипения выше комнатной, анилиновая точка которых ниже температуры начала кипения и выше температуры застывания смеси анилин – проба. Метод испытания В (метод испытания тонкой пленки) применяется для продуктов, которые являются слишком темными для испытания по методу А. Методы С и D применяются для испытания продуктов, которые могут в значительной степени испариться при достижении анилиновой точки. Метод D удобен для испытания продуктов, пробы которых имеются в небольшом количестве. Метод Е устанавливает процедуру, предусматривающую использование автоматической аппаратуры, для проб, испытываемых по методам А и В.

1.2 Данные методы также применяются для определения смешанной анилиновой точки нефтепродуктов и углеводородных растворителей, анилиновые точки которых меньше температуры, при которой анилин выкристаллизовывается из смеси анилин – проба.

1.3 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением, если они существуют. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение техники безопасности, охрану здоровья человека и определение границ применимости стандарта до начала его применения.

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM ¹⁾:

ASTM D 1500-07 Стандартный метод определения цвета нефтепродуктов по цветовой шкале ASTM
ASTM E 1-07 Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **анилиновая точка (aniline point)**: Минимальная температура, при которой раствор, состоящий из равных объемов анилина и пробы, находится в состоянии равновесия.

3.1.2 **смешанная анилиновая точка (mixed aniline point)**: Минимальная температура, при которой раствор, состоящий из двух объемов анилина, одного объема пробы и одного объема n-гептана заданной чистоты, находится в состоянии равновесия.

¹⁾ Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM www.astm.org или получить в службе работы с потребителями по адресу service@astm.org. Информацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

4 Сущность метода

4.1 Заданные объемы анилина и пробы или анилина, пробы и н-гептана помещают в пробирку и механически перемешивают. Смесь нагревают с регулируемой скоростью до смешения двух фаз. Затем смесь охлаждают с регулируемой скоростью и температуру, при которой происходит разделение двух фаз, записывают как анилиновую точку или смешанную анилиновую точку.

5 Значение и применение метода

5.1 Анилиновая точка применяется для описания свойств чистых углеводородов и для анализа смесей углеводородов. Для ароматических углеводородов характерны наиболее низкие значения анилиновой точки, для алканов – наиболее высокие. Значения анилиновой точки циклоалканов и алкенов лежат между значениями анилиновых точек ароматических углеводородов и алканов. В гомологических рядах значения анилиновой точки возрастают с увеличением молекулярной массы. Несмотря на редкое использование совместно с другими физическими показателями в корреляционных методах анализа углеводородов, анилиновая точка наиболее часто применяется для оценки содержания ароматических углеводородов в смеси.

6 Аппаратура

6.1 Подробное описание аппаратуры для определения анилиновой точки, необходимой для каждого метода испытания, приведено в следующих приложениях:

- приложении А1 – для метода испытания А;
- приложении А2 – для метода испытания В;
- приложении А3 – для метода испытания С;
- приложении А4 – для метода испытания D;
- приложении А5 – для метода испытания Е.

Примечание 1 – Допускается использовать другую аппаратуру, например U-образную трубку для испытания темных масел, при условии получения результатов, аналогичных по достоверности и точности результатам определения с использованием аппаратуры, описание которой приведено в приложениях.

6.2 Баня для нагревания и охлаждения

Используют подходящую воздушную баню, баню с нелетучей прозрачной жидкостью или инфракрасную лампу (от 250 до 375 Вт), оснащенную устройством регулировки скорости нагревания.

Примечание 2 – В качестве нагревательной или охлаждающей среды для бани вода не используется, поскольку анилин является гигроскопической жидкостью и испытание влажного анилина приводит к ошибочным результатам. Например, значение анилиновой точки н-гептана при испытании в смеси с анилином, содержащим 0,1 об. % воды, приблизительно на 0,5 °C (0,9 °F) выше значения анилиновой точки н-гептана при испытании в смеси с сухим анилином. Если анилиновая точка ниже точки росы воздуха, направляют медленный поток сухого инертного газа в испытательную пробирку для предотвращения контакта смеси анилин – проба с воздухом.

6.3 Термометры, отвечающие требованиям стандартов ASTM и IP и имеющие диапазоны измерения, приведенные ниже. Вместо указанных термометров допускается использовать другие средства измерения температуры, например термодары или платиновые термометры сопротивления, которые имеют диапазоны измерения, охватывающие определяемые значения, и обеспечивают аналогичные или лучшие показатели точности и прецизионности.

Диапазон измерения	ASTM (ASTM E1)	IP
от минус 38 °C до плюс 42 °C (от минус 36,5 °F до плюс 107,5 °F)	33C, 33F	20C
от 25 °C до 105 °C (от 77 °F до 221 °F)	34C, 34F	21C
от 90 °C до 170 °C (от 194 °F до 338 °F)	35C, 35F	59C

6.4 Пипетки или другие дозирующие устройства, используемые для испытания и обеспечивающие введение пробы объемом (10 ± 0,04) мл и (5 ± 0,02) мл.

6.5 Весы

Лабораторные весы с чувствительностью до 0,01 г, которые могут использоваться для взвешивания пробирки и пробы, если использование пипетки для отбора пробы невозможно.

6.6 Защитные очки

6.7 Пластиковые перчатки, непроницаемые для анилина.

7 Реактивы

7.1 Анилин (Предупреждение – Не допускается засасывать анилин в пипетку ртом из-за его высокой токсичности. При поглощении через кожу анилин даже в незначительных количествах оказывает токсическое воздействие, с ним следует обращаться с особой осторожностью.) Чистота анилина должна обеспечивать получение при его испытании с н-гептаном в соответствии с разделом 9 значения анилиновой точки, равного $(69,3 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ [$(156,7 \pm 0,4) ^\circ\text{F}$]. За результат определения анилиновой точки при этом следует принимать среднеарифметическое двух независимых результатов испытания, расхождение между которыми не должно превышать $0,1 ^\circ\text{C}$ ($0,2 ^\circ\text{F}$). Если значение анилиновой точки превышает указанное выше, анилин можно высушить путем перегонки, при проведении которой первые и последние 10 % отгона отбрасывают. Если значение анилиновой точки ниже указанного, можно добавить воду в количестве, обеспечивающем соответствие анилина установленным для него требованиям.

Примечание 3 – Установлено, что анилин соответствует установленным требованиям при содержании в нем воды приблизительно от 400 до 1400 млн⁻¹ (ppm).

Примечание 4 – Вместо проведения перегонки анилина в день его использования анилин можно перегнать в соответствии с разделом 9, собрать дистиллят в ампулы, герметично закупорить ампулы под вакуумом или в атмосфере сухого азота и хранить в прохладном темном месте для последующего использования. Дистиллят также можно хранить в атмосфере сухого азота в стеклянной бутылке или в одноразовых ампулах в прохладном темном месте. В ином случае необходимо принимать меры по предотвращению загрязнения атмосферной влагой (см. примечание 2). Считается, что в указанных условиях свойства анилина не изменяются в течение более 6 мес.

7.2 Сульфат кальция безводный.

7.3 н-Гептан для спектроскопического анализа или высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). (**Предупреждение** – Легковоспламеняющаяся жидкость. Вдыхание паров вредно. Хранят вдали от источников тепла, искр и открытого огня. Сосуд хранят закрытым. Применяют при соответствующей вентиляции. Следует избегать длительного вдыхания паров или аэрозолей. Следует избегать длительного или частого контакта с кожей.)

8 Отбор проб

8.1 Пробу продукта высушивают интенсивным встряхиванием в течение 3 – 5 мин с соответствующим осушающим веществом, например безводным сульфатом кальция или безводным сульфатом натрия, добавляемым в количестве 10 % от объема. Для уменьшения вязкости высоковязких проб их нагревают до температуры, при которой не происходит испарение легких фракций или дегидратация осушающего вещества. Удаляют суспендированное осушающее вещество центрифугированием или фильтрованием. Нагревают пробы до растворения содержащегося в них осадка парафинов и поддерживают в подогретом состоянии во время фильтрования и центрифугирования для предотвращения выделения парафинов. В случае видимого наличия суспендированной воды и если известно, что ее растворимость в продукте составляет менее 0,3 масс. %, для удаления воды допускается использовать центрифугу.

9 Методы определения анилиновой точки

9.1 В зависимости от анализируемых продуктов используют методы испытания, приведенные ниже.

9.1.1 Метод испытания А, подробное описание которого приведено в приложении А1, применяется для испытания бесцветных проб и проб, цвет которых не темнее цвета 6,5 по шкале ASTM при определении в соответствии с ASTM D 1500, с температурой начала кипения, значительно превышающей предполагаемую анилиновую точку.

9.1.2 Метод испытания В, подробное описание которого приведено в приложении А2, применяется для испытания слабоокрашенных, умеренно темных и очень темных продуктов. Данный метод может применяться для испытания продуктов, которые слишком темные для испытания по методу А.

9.1.3 Метод испытания С, подробное описание которого приведено в приложении А3, применяется для испытания бесцветных продуктов, а также продуктов, цвет которых не темнее цвета 6,5 по шкале ASTM при определении в соответствии с ASTM D 1500, с достаточно низкой температурой

начала кипения. Испытание продуктов с достаточно низкой температурой начала кипения по методу А, например авиационных бензинов, приводит к ошибочным результатам.

9.1.4 Метод испытания D, подробное описание которого приведено в приложении А4, применяется для испытания таких же типов продуктов, для которых применяется метод испытания С. Данный метод особенно полезен при наличии небольшого количества пробы.

9.1.5 Метод испытания E применяется при использовании автоматической аппаратуры в соответствии с инструкциями, приведенными в приложении А5.

10 Метод определения смешанной анилиновой точки

10.1 Данный метод применяется для испытания продуктов с анилиновой точкой ниже температуры, при которой анилин выкристаллизовывается из смеси. Вводят 10 мл анилина (**предупреждение** – см. 7.1), 5 мл пробы и 5 мл н-гептана в чистую, сухую аппаратуру. Определяют анилиновую точку смеси по методу испытания А или В в соответствии с приложением А1 или А2.

11 Протокол испытания

11.1 Если расхождение между тремя последовательно регистрируемыми значениями анилиновой точки не превышает 0,1 °С (0,2 °F) для слабоокрашенных продуктов или 0,2 °С (0,4 °F) для темных продуктов, анилиновую точку записывают в протокол испытания как среднеарифметическое указанных значений температуры, скорректированное на погрешность калибровки термометра, с округлением до 0,05 °С (0,1 °F).

11.2 Если указанное расхождение не будет получено после проведения пяти определений, испытание следует повторить, используя новые порции анилина и пробы, вводимые в чистую, сухую аппаратуру. Если последовательно регистрируемые значения температуры представляют прогрессирующее изменение или расхождение между регистрируемыми значениями превышает значения воспроизводимости, приведенные в 12.1, в протоколе испытания указывают о неприменимости метода испытания.

12 Точность и отклонение

12.1 Точность

Точность настоящего метода испытания определена в результате статистической обработки результатов межлабораторных испытаний следующим образом.

12.1.1 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания (между двумя среднеарифметическими значениями температур, полученными при обработке последовательностей зарегистрированных значений согласно разделу 11), полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже.

	Повторяемость	
Анилиновая точка:		
– прозрачных, слабоокрашенных продуктов	0,16 °С	(0,3 °F)
– от умеренно темных до очень темных продуктов	0,3 °С	(0,6 °F) ^A
Смешанная анилиновая точка:		
– прозрачных, слабоокрашенных продуктов	0,16 °С	(0,3 °F) ^A
– от умеренно темных до очень темных продуктов	0,3 °С	(0,6 °F) ^A

^A Значение не определялось при проведении последних совместных испытаний; однако считается, что соотношения со значениями, полученными при проведении испытаний в 1953 г., могут применяться.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже.

	Воспроизводимость	
Анилиновая точка:		
– прозрачных, слабоокрашенных продуктов	0,5 °C	(0,9 °F)
– от умеренно темных до очень темных продуктов	1,0 °C	(1,8 °F) ^A
Смешанная анилиновая точка:		
– прозрачных, слабоокрашенных продуктов	0,7 °C	(1,3 °F) ^A
– от умеренно темных до очень темных продуктов	1,0 °C	(1,8 °F) ^A

^A Значение не определялось при проведении последних совместных испытаний; однако считается, что соотношения со значениями, полученными при проведении испытаний в 1953 г., могут применяться.

12.2 Отклонение

Отклонение в настоящее время определяется подкомитетом ASTM.

12.3 Определение показателей точности в соответствии с RR:D02-1007 не проводилось.

Приложения А
(обязательные)

А1 Метод испытания А

А1.1 Аппаратура

А1.1.1 Установка, приведенная на рисунке А1.1, должна состоять из элементов, указанных ниже.

А1.1.1.1 Пробирка для испытания диаметром приблизительно 25 мм, длиной приблизительно 150 мм, изготовленная из термостойкого стекла.

А1.1.1.2 Пробирка-муфта диаметром приблизительно от 37 до 42 мм, длиной приблизительно 175 мм, изготовленная из термостойкого стекла.

А1.1.1.3 Мешалка из металлической проволоки (сорт 14 В&G) диаметром приблизительно 2 мм, управляемая вручную, показанная на рисунке А1.1. На нижнем конце мешалки должно находиться концентрическое кольцо диаметром приблизительно 19 мм. Длина мешалки до участка, согнутого под прямым углом, должна составлять приблизительно 200 мм. Длина согнутого под прямым углом участка должна составлять 55 мм. В качестве направляющей для мешалки должна использоваться стеклянная втулка длиной приблизительно 65 мм, внутренним диаметром приблизительно 3 мм. Любое подходящее механическое устройство для управления указанной мешалкой может использоваться вместо ручного управления.

Размеры в миллиметрах

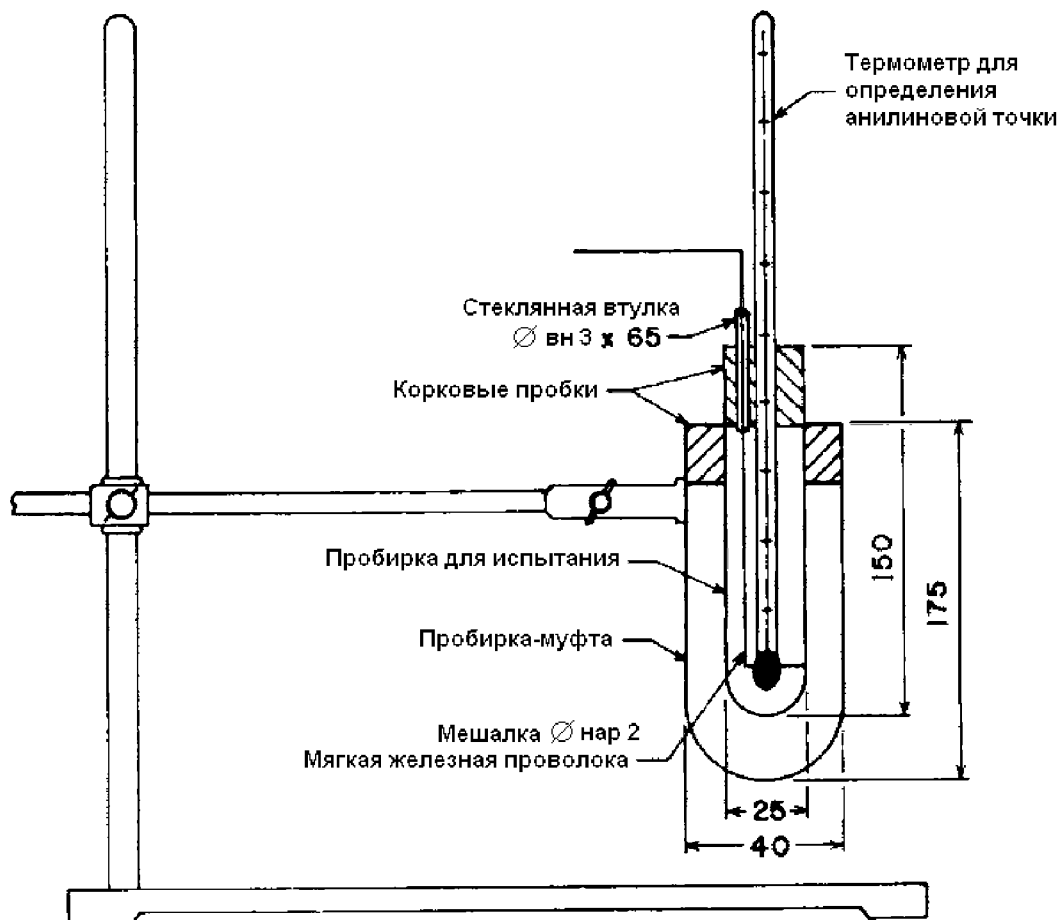


Рисунок А1.1 – Установка для определения анилиновой точки

A1.2 Проведение испытания

A1.2.1 Очищают и сушат установку. Помещают 10 мл анилина (**предупреждение** – см. 7.1) и 10 мл высушенной пробы (8.1) в пробирку для испытания с мешалкой и термометром. Если продукт является слишком вязким для дозирования по объему, пробу взвешивают с точностью до 0,01 г в количестве, соответствующем 10 мл, при комнатной температуре. Центрируют термометр в пробирке для испытания таким образом, чтобы отметка погружения находилась на уровне жидкости, следя за тем, чтобы резервуар термометра не касался стенок пробирки. Центрируют пробирку для испытания в пробирке-муфте. Быстро перемешивают смесь при длине хода мешалки 50 мм (2 дюйма), избегая образования воздушных пузырьков.

A1.2.2 Если смесь анилин – проба нерастворима при комнатной температуре, нагревают непосредственно пробирку-муфту до достижения полного растворения смеси таким образом, чтобы температура возросла со скоростью от 1 °С до 3 °С (от 2 °F до 5 °F)/мин, которую поддерживают путем удаления или ослабления источника нагревания. Продолжают перемешивание и дают смеси охладиться со скоростью от 0,5 °С до 1,0 °С (от 1,0 °F до 1,8 °F)/мин. Продолжают охлаждение до температуры на 1 °С – 2 °С (2,0 °F – 3,5 °F) ниже температуры первого появления мути и записывают температуру, при которой смесь резко становится мутной во всем объеме (см. примечание A1.1), как анилиновую точку. Данная температура, но не температура расслоения небольшого количества продукта, является минимальной температурой раствора в состоянии равновесия.

Примечание A1.1 – Действительное значение анилиновой точки характеризуется помутнением, при котором невозможно различить резервуар термометра в отраженном свете.

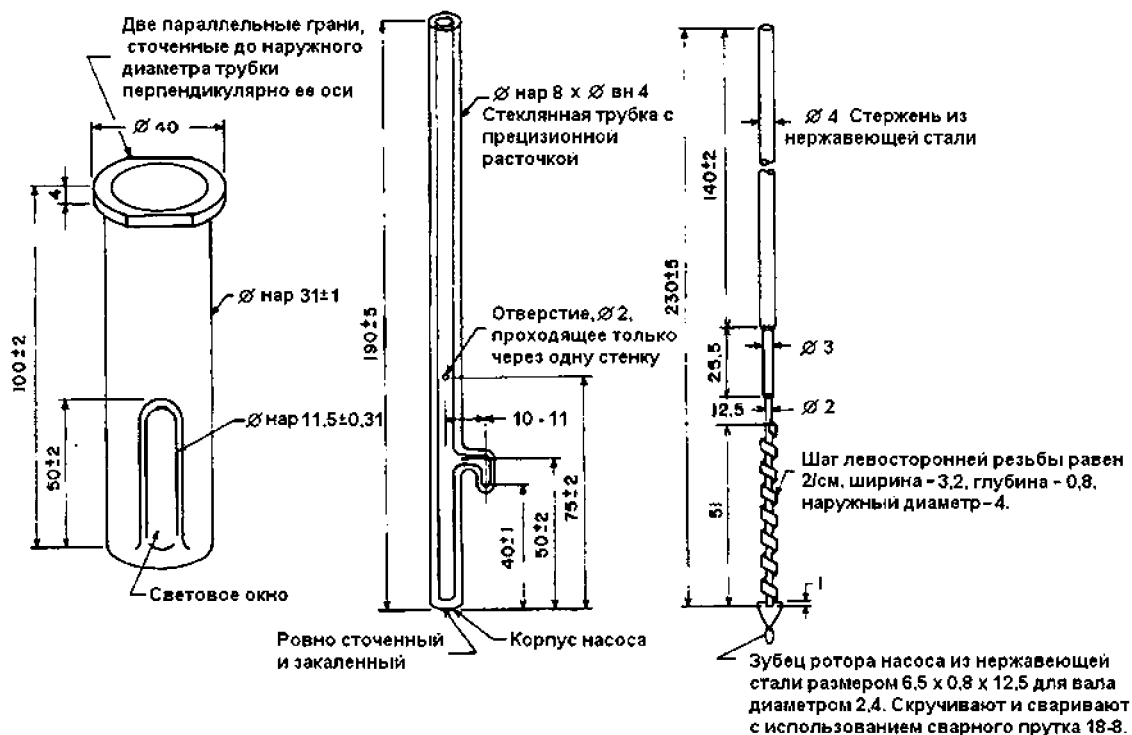
A1.2.3 Если смесь анилин – проба полностью растворима при комнатной температуре, источник нагревания заменяют на безводную баню для охлаждения, дают смеси охладиться со скоростью, указанной в A1.2.2, и проводят определение анилиновой точки, как описано выше.

A1.2.4 Повторяют наблюдение температуры, соответствующей анилиновой точке, путем многократного нагревания и охлаждения до получения результатов, которые могут быть записаны в протокол испытания в соответствии с разделом 11.

A2 Метод испытания В

A2.1 Аппаратура

A2.1.1 Используют установку для испытания тонкой пленки, изготовленную из термостойкого стекла и нержавеющей стали, с размерами, указанными на рисунке A2.1. Рекомендуемая установка в собранном виде показана на рисунке A2.2.



Детальный чертеж трубки Детальный чертеж корпуса насоса и ротора

Рисунок А2.1 – Детальный чертеж установки для определения анилиновой точки в тонкой пленке (метод испытания В)

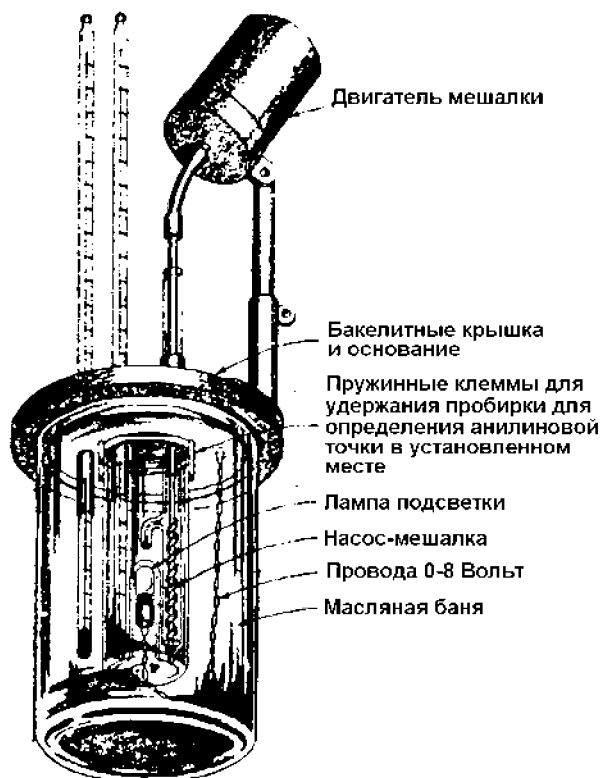


Рисунок А2.2 – Установка для испытания в тонкой пленке в собранном виде (Метод испытания В)

A2.2 Проведение испытания

A2.2.1 Очищают и сушат установку. Помещают 10 мл анилина (**предупреждение** – см. 7.1) и 10 мл высушенной пробы (8.1) в пробирку с насосом-мешалкой и термометром. Если продукт является слишком вязким для дозирования по объему, пробу взвешивают с точностью до 0,01 г в количестве, соответствующем 10 мл, при комнатной температуре. Помещают термометр в пробирку таким образом, чтобы камера сжатия находилась ниже уровня жидкости и ртутный резервуар не касался стенок пробирки. Собирают установку, как показано на рисунке A2.2.

A2.2.2 Настраивают скорость насоса для получения непрерывного потока смеси масло – анилин в форме тонкой пленки, стекающей вдоль светового окна. При испытании очень темных масел медленно включают насос и опускают его так, чтобы отводная трубка почти касалась верхнего участка светового окна, для получения непрерывной пленки, которая была бы достаточно тонкой для определения анилиновой точки. Регулируют напряжение лампы до тех пор, пока свет лампы не будет достаточным для просматривания нити накаливания через пленку. Повышают температуру смеси со скоростью от 1 °C до 2 °C (от 2,0 °F до 3,5 °F)/мин до тех пор, пока не будет достигнута анилиновая точка, которую отмечают по отчетливому внезапному проблескиванию нити накаливания лампы и исчезновению в некоторой степени опалесцирующих свойств пленки (см. примечание A2.1). Прекращают нагревание и регулируют напряжение лампы таким образом, чтобы нить накаливания стала ясной и отчетливой и имела яркость, не раздражающую глаз. Температуру бани регулируют таким образом, чтобы смесь анилин – проба охлаждалась со скоростью от 0,5 °C до 1,0 °C (1,0 °F до 1,8 °F)/мин, и наблюдают внешний вид пленки и нити накаливания. Записывают анилиновую точку как температуру, при которой образуется вторая фаза, о чем свидетельствуют повторное появление опалесцирующих свойств у пленки (как правило, вызывающих образование ореола вокруг нити накаливания лампы) и/или резкое потускнение нити накаливания лампы. При температурах выше анилиновой точки края нити накаливания лампы становятся ясными и отчетливыми. При температуре анилиновой точки вокруг нити накаливания образуются ореол или дымка, заменяющие резкие линии края нити накаливания линиями с мутным или туманным внешним видом. При более низкой температуре происходит дальнейшее потемнение мути. Данную температуру не следует принимать за анилиновую точку.

Примечание A2.1 – Для тех, кто проводит испытание первый раз, может быть полезным проведение следующей процедуры. Выполняют предварительную эксплуатационную настройку, проводят испытание бесцветной смеси анилин – проба и отмечают изменения, происходящие в жидкости и пленке. Проводят грубое испытание темного масла для ознакомления с внешним видом пленки и источника света в момент перехода смеси из прозрачного состояния выше анилиновой точки в полупрозрачное состояние ниже анилиновой точки. Если наблюдение точной температуры фазового изменения пробы затруднено, проводят испытания данной пробы, используя различные значения интенсивности света и обращая особое внимание на внешний вид света в непосредственной близости от нити накаливания лампы.

A2.2.3 Повторяют наблюдение температуры, соответствующей анилиновой точке, путем многократного нагревания и охлаждения до получения результатов, которые могут быть записаны в протокол испытания в соответствии с разделом 11.

A3 Метод испытания С

A3.1 Аппаратура

A3.1.1 **Пробирка для определения анилиновой точки**, изготовленная из термостойкого стекла, по форме и размерам соответствующая показанной на рисунке A3.1, имеющая установленную внутри тонкостенную стеклянную трубку для термометра с запаянным нижним концом. Указанная трубка оснащена плотно сидящей корковой пробкой, удерживающей термометр, резервуар которого располагается на корковом кольце или диске, размещенном внизу трубки; трубка содержит светлое трансформаторное масло в количестве, достаточном для полного погружения резервуара термометра. Внутренняя трубка удерживается в верхней части пробирки для определения анилиновой точки с помощью плотно посаженной пробки. Для предотвращения потерь паров пробы аппаратура оснащена зажимом для удерживания пробки в неподвижном состоянии.

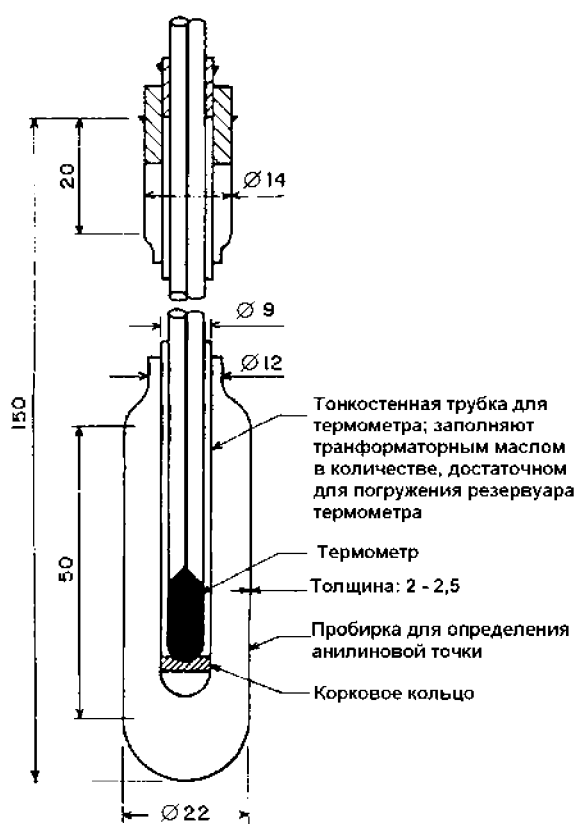


Рисунок А3.1 – Аппаратура для испытания летучих проб (метод испытания С)

Примечание А3.1 – Допускается использовать любое другое приспособление, например завинчивающуюся уплотнительную пластмассовую крышку с термометром, которое предотвращает утечку паров из аппаратуры. В этом случае трубку для термометра можно не использовать и резервуар термометра погружать непосредственно в смесь анилин – проба.

А3.1.2 Защитное приспособление из прочной металлической сетки, окружающее пробирку для определения анилиновой точки. Предпочтительно, чтобы данное приспособление было соединено с зажимом для удерживания трубки термометра в установленном положении.

А3.2 Проведение испытания

А3.2.1 Очищают и сушат аппаратуру. Помещают 5 мл анилина (**Предупреждение** – Надевают очки из защитного стекла и пластиковые перчатки, непроницаемые для анилина, см. 7.1.) и 5 мл высушенной пробы (8.1), охлажденных до температуры, при которой можно провести испытание пробы без потери ее паров. Закрывают пробирку пробкой и устанавливают трубку для термометра по центру таким образом, чтобы ее дно было расположено на расстоянии 5 мм от дна пробирки для определения анилиновой точки. Зажимают установленную в требуемое положение пробку и соединяют с защитным приспособлением.

А3.2.2 Проводят далее испытание в соответствии с А1.2.2 и А1.2.3, перемешивая пробу и анилин встряхиванием пробирки. Если скорость изменения температуры при приближении к анилиновой точке превышает 1 °С (2 °F)/мин, помещают пробирку в пробирку-муфту, предварительно охлажденную или подогретую до соответствующей температуры.

А3.2.3 Повторяют наблюдение анилиновой точки путем многократного нагревания и охлаждения до получения результатов, которые могут быть записаны в протокол испытания в соответствии с разделом 11.

A4 Метод испытания D

A4.1 Аппаратура

A4.1.1 Ампула вместимостью от 1,5 до 2,0 мл, выдутая из трубки из термостойкого стекла, внешним диаметром 5 мм и внутренним диаметром 3 мм.

A4.1.2 Защитное приспособление, аналогичное используемому для метода испытания С.

A4.2 Проведение испытания

A4.2.1 Тщательно высушивают ампулу в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$, дают охладиться до комнатной температуры и помещают в нее с использованием пипеток 0,5 мл анилина (см. 7.1) и 0,5 мл высушенной пробы (8.1). Окончательно охлаждают смесь, быстро извлекают и запаивают открытый конец ампулы на расстоянии около 10 мм от ее центра. (**Предупреждение** – Надевают очки из защитного стекла и пластиковые перчатки, непроницаемые для анилина).

A4.2.2 Прикрепляют ампулу к термометру резиновой лентой таким образом, чтобы ампула была расположена вблизи резервуара термометра. Присоединяют защитную сетку и проводят испытание в соответствии с А1.2.2 и А1.2.3, перемешивая смесь анилин – проба встряхиванием.

A4.2.3 Повторяют наблюдение температуры, соответствующей анилиновой точке, путем многократного нагревания и охлаждения до получения результатов, которые могут быть записаны в протокол испытания в соответствии с разделом 11.

A5 Метод испытания E

A5.1 Аппаратура

A5.1.1 Автоматическая аппаратура для определения анилиновой точки, осуществляющая испытание тонкой пленки модифицированным способом и непосредственное нагревание смеси анилин – проба погружным электрическим нагревательным устройством. Детектирование происходит по отклику фотоэлектрической ячейки на колимированный свет, пропускаемый через тонкую пленку пробы.

A5.2 Проведение испытания

A5.2.1 Проводят автоматическое определение анилиновой точки в соответствии с инструкцией к прибору.

Приложение Д.А
(справочное)

**Сведения о соответствии государственного стандарта
ссылочному международному стандарту**

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту другого года издания

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование международного стандарта другого года издания	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ASTM D 1500-07 Стандартный метод определения цвета нефтепродуктов по цветовой шкале ASTM	ASTM D 1500-04a Стандартный метод определения цвета нефтепродуктов по цветовой шкале ASTM	IDT	СТБ 1796-2007 Нефтепродукты. Метод определения цвета по шкале ASTM (ASTM D 1500-04a, IDT)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 05.01.2010. Подписано в печать 25.02.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,74 Уч.- изд. л. 0,94 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552634 от 17.11.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.