

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ ISO 3841

Парафины в нефти – Определение точки (температуры) плавления (кривая охлаждения)

Первое издание – 1977-02-15

Ключевые слова: нефтепродукты, бензин, химический анализ, определение содержания, олефиновые углеводороды, ароматические углеводороды, тестовое оборудование.

Вступление

ISO (Международная Организация по Стандартизации) – это международная федерация национальных институтов по стандартам (организации – члены ISO). Разработка международных стандартов производится техническими комитетами ISO. В комитете могут быть представлены все члены, заинтересованные в теме стандарта, по установлению которого был создан комитет. Международные организации, правительственные и неправительственные, во взаимодействии с ISO, также принимают участие в работе.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, предоставляются членам федерации на согласование до принятия в качества Международного стандарта Советом ISO.

Международный стандарт ISO 3841 был разработан Технической комиссией ISO/TC 28, *Нефтепродукты* и был представлен членам ISO в июле 1975.

Стандарт был одобрен членами из следующих стран:

Австралия	Ирландия	СССР
Австрия	Испания	США
Бельгия	Италия	Турция
Болгария	Канада	Франция
Бразилия	Мексика	Чехословакия
Великобритания	Нидерланды	Швеция
Гана	Перу	ЮАР
Германия	Польша	Япония
Индия	Португалия	
Иран	Румыния	

Ни один из членов организации не выразил своего несогласия.

Копирайт: Международная организация по стандартизации, 1977
Напечатано в Швейцарии

Парафины в нефти – Определение точки плавления (кривая охлаждения)

1. Цели и применение стандарта

- 1.1. Данный Международный стандарт определяет метод определения точки плавления (кривой охлаждения) для нефтяного парафина. Стандарт не подходит для парафинов петролатумной группы, микрокристаллических парафинов или смесей, например, с твердым парафином или чешуйчатым парафином.
- 1.2. Определение точки плавления (кривая охлаждения) является тестом, широко применяемым поставщиками и потребителями парафина. Наиболее адекватно применение стандарта к нефтяным парафинам (воскам), являющимся по природе сильно парафинсодержащими или кристаллическими. Плато (пологий участок кривой) образуется в том случае, если образец содержит достаточное количество углеводородов, кристаллизующихся при одной и той же температуре, которые выделяют при этом тепло, замедляющее охлаждение. В целом нефтяные воски с высоким содержанием аномальных углеводородов или аморфных твердых форм не показывают плато.

Примечание: для ознакомления с дополнительными способами тестирования нефтяных восков обратитесь к стандарту ISO 2207 Нефтяные парафины – Определение точки замерзания, и стандарту ISO ..., Нефтяные парафины – Определение точки плавления капли. ¹⁾ Результаты могут различаться, в зависимости от используемого метода. Для фармацевтических нефтепродуктов используется стандарт ISO

2. Принцип тестирования

Образец расплавленного воска в тестовой трубке, снабженной термометром, помещается в воздушную ванну, которая, в свою очередь, расположена в ванне, наполненной водой температуры от 16 до 28°C. По мере охлаждения расплавленного воска, производятся периодические замеры/считывания температуры. Когда происходит затверждение парафина, темпы снижения температуры замедляются, приводя к появлению плато (плоского участка) на кривой охлаждения.

3. Определения

Для данного Международного стандарта будут применяться следующие определения:

Точка плавления (кривая охлаждения) нефтяного парафина: температура, при которой расплавленный нефтяной воск показывает специфическое плато (плоский участок) на кривой охлаждения при охлаждении в предписанных условиях.

4. Аппаратура

- 4.1. Тестовая трубка, изготовленная из стекла на основе гашеной извести, диаметром 25 мм и длиной 100 мм. Она может иметь

отметку заполнения на высоте 50 мм от дна, а также линию для позиционирования дна термометра на высоте 10 мм от дна.

- 4.2. Воздушная ванна/баня, включающая цилиндр с внутренним диаметром 51 мм и глубиной 113 мм, снабженная плотно входящей пробкой, имеющей центральное отверстие для тестовой трубки (4.1.), которая должна твердо удерживаться в вертикальном положении в центре воздушной ванны.
- 4.3. Водяная ванна, включающая подходящую цилиндрическую емкость с внутренним диаметром 130 мм и глубиной 150 мм, снабженную крышкой, подходящей для поддержания воздушной ванны (4.2.) в вертикальном положении таким образом, чтобы стенки и дно воздушной ванны были окружены слоем воды толщиной около 38 мм. Крышка должна иметь отверстие, через которое может быть введен термометр на расстоянии 20 мм от наружной стенки водяной ванны.

Примечание: воздушная ванна, водяная ванна и крышка водяной ванны могут быть изготовлены единым агрегатом, как показано на рисунке (измерения в мм).

Рисунок – Оборудование для определения точки плавления (кривой охлаждения) нефтяного парафина

- 4.4. Термометр частичного погружения для измерения точки плавления, соответствующий следующей спецификации:

Пределы	38 - 82°C
Погружение	79 мм
Деления каждые	0.1°C
Более длинная линия каждые	0.5°C
Цифры каждые	1.0°C
Максимальная погрешность	0.1°C
Возможно нагревание до	100°C
Общая длина	377±5 мм
Диаметр стержня	6.0 – 7.0 мм
Длина колбы	18-28 мм
Диаметр колбы	5.0 – 6.0 мм
Расстояние от основания колбы до отметки 40°C	116 – 125 мм
Расстояние от основания колбы до отметки 80°C	315 – 335 мм
Расстояние от основания колбы до сужения камеры	Максимум 41 мм

- 4.5. Термометр частичного погружения для ванны, точность до 1°C во всей требуемой области.
- 4.6. Духовой шкаф или водяная ванна, способная поднимать и удерживать температуру до 93°C.

5. Процедура

- 5.1. Укрепите воздушную ванну (4.2.) в надлежащем положении в водяной ванной (4.3.). Заполните водяную ванну водой температуры 16 – 28°C до уровня 15 мм от верхнего края. Температура ванны должна поддерживаться в этих пределах в течение всего теста.
- 5.2. Нагрейте образец парафина до температуры, по крайней мере на 8°C выше предполагаемой точки плавления (см. примечание). Для нагревания образца воска в духовом шкафу или водяной ванне (4.6.) используйте подходящий контейнер, при этом температура не должна превышать 93°C. Избегайте прямого нагревания, такого как на огне или плитке. Не держите образец в расплавленном виде дольше 1 часа.

Примечание: если у вас нет оценок точки плавления парафина, нагрейте образец до температуры, на 10°C выше той, при которой парафин совершенно расплавляется, или до температуры 90 – 93°C до того, как перейти к следующему шагу.

- 5.3. Заполните тестовую трубку (4.1) до высоты 50 мм расплавленным образцом. Введите термометр (4.4) для измерения точки плавления через центральное отверстие в пробке таким образом, чтобы линия погружения 79 мм была на уровне внутренней поверхности пробки. Вставьте пробку в тестовую емкость таким образом, чтобы дно колбы термометра находилось на расстоянии 10 мм от дна тестовой емкости. Закрепите тестовую емкость в воздушной ванне, как показано на рисунке, пока температура образца остается по крайней мере на 8°C выше предполагаемой точки плавления (см. примечание к 5.3.).
- 5.4. Считывайте показания термометра для определения точки плавления каждые 15 секунд. Записывайте каждое показание до ближайших 0,05°C. Следите за прогрессом этих последовательных показаний, чтобы определить появление плато/плоского участка. Плато определяется как последовательные пять показаний, не выходящие за пределы 0,1°C. Закончите проведение теста после получения пяти близких показаний.

Примечание: если появления плато, как описано выше, не наблюдалось, продолжайте процедуру чтения показаний до тех пор, пока либо температура не достигнет 38°C, либо уровня на 8°C ниже той температуры, при которой воск застыл (это может быть замечено через прозрачную ванну). В любом из этих случаев тест должен быть прекращен, и метод должен быть признан НЕ ПРИМЕНИМЫМ к данному образцу. В таких случаях следует выбрать другие методы (см. примечание к 1.2).

6. Результаты

Вычислите среднее арифметическое по пяти показаниям плато, не выходящим за пределы 0,1°C. Скорректируйте это среднее

арифметическое относительно неопределенности (ошибки) по шкале термометра, где необходимо.

7. Точность

Точность данного метода, полученная путем статистического исследования результатов лабораторного теста, определяется следующим:

7.1. Повторяемость

Различие между двумя результатами теста, полученными тем оператором с использованием той же аппаратуры при постоянных операционных условиях на идентичном тестовом материале, при правильном и нормальном проведении теста, будет только в одном из двадцати случаев выходить за рамки следующей погрешности: $0,1^{\circ}\text{C}$.

7.2. Воспроизводимость

Различия между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными различными операторами, работающими в разных лабораториях с идентичным тестовым материалом, при нормальном и правильном проведении теста, будут только в одном из двадцати случаев выходить за рамки следующей погрешности: $0,5^{\circ}\text{C}$.

8. Отчет о тесте

Приведите температуру с точностью до $0,05^{\circ}\text{C}$ к точке плавления (кривая охлаждения) и сделайте ссылку на данный Международный стандарт.