



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ПАРАФІНИ НАФТОВІ ТВЕРДІ

Технічні умови

ДСТУ 4153–2003

Видання офіційне

БЗ № 1–2003/9

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2003

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО І ВНЕСЕНО Українським науково-дослідним інститутом нафтопереробної промисловості «Масма» (УкрНДІНП «Масма»), Технічним комітетом «Стандартизація продуктів нафтопереробки та нафтохімії» (ТК 38)
- 2 ЗАТВЕРДЖЕНО І НАДАНО ЧИННОСТІ Державним комітетом України з питань технічного регулювання та споживчої політики від 24 лютого 2003 р. № 32
- 3 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 23683–89)
- 4 РОЗРОБНИКИ: **А. Мартинюк; Ю. Іщук; О. Винницький; Г. Кубрак; О. Лукічев; Л. Костюк; В. Голощапова**

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати цей документ повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу Держспоживстандарту України заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності звертатись до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2003

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Класифікація	2
4 Технічні вимоги	3
5 Вимоги безпеки	6
6 Вимоги охорони довкілля	7
7 Правила приймання	7
8 Методи контролювання	7
9 Транспортування і зберігання	11
10 Гарантії виробника	11
Додаток А Коди ДКПП та відповідні їм ОКП	12
Додаток Б Бібліографія	13

75.140

ДСТУ 4153–2003

Парафіни нафтові тверді. Технічні умови

Місце поправки	Надруковано	Повинно бути
С.9, 8.3.3.	$X_1 = \frac{m_1 \cdot m_2 \cdot 100}{m_3 \cdot m_4 \cdot (m_1 - m_4)}$	$X_1 = \frac{m_1 \cdot m_2 \cdot 100}{m_3 \cdot (m_4 - m_1)}$

(ІПС № 3–2004)

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ПАРАФІНИ НАФТОВІ ТВЕРДІ

Технічні умови

ПАРАФИНЫ НЕФТЯНЫЕ ТВЕРДЫЕ

Технические условия

PARAFFINS PETROLEUM FIRM

Technical requirements

Внесена поправка (3-2004) ЗН

Чинний від 2004–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на нафтові тверді парафіни (далі — парафіни) кристалічної будови, різного ступеня очищеності, що їх отримано із дистильованої сировини та які призначено для використання в різних сферах промисловості.

Обов'язкові вимоги до якості парафінів, що забезпечують їх безпечність для життя і майна населення, охорони довкілля, викладено в 4.2, 4.3.1, 4.3.2 та в 5.2 цього стандарту.

Стандарт придатний для цілей сертифікування.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 2296–1993 Система сертифікації УкрСЕПРО. Знак відповідності. Форма, розміри, технічні вимоги та правила застосування

ДСТУ 3962–2000 (ГОСТ 12.4.137–2001) Взуття спеціальне з верхом із шкіри для захисту від нафти, нафтопродуктів, кислот, лугів, нетоксичного та вибухонебезпечного пилу

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.044–89 (ИСО 4589–84) Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.010–75 ССБТ. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные.

Технические условия

ГОСТ 12.4.013–85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021–75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.111–82 ССБТ. Костюмы мужские для защиты от нефти и нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 12.4.112–82 ССБТ. Костюмы женские для защиты от нефти и нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 12.4.124–83 ССБТ. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

ГОСТ 400–80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

- ГОСТ 1057–88 Масла селективной очистки. Метод определения фенола и крезола
ГОСТ 1437–75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения серы
ГОСТ 1510–84 Нефть и нефтепродукты. Маркировка, улаковка, транспортирование и хранение
ГОСТ 1520–84 Масла селективной очистки. Метод определения наличия фурфурола
ГОСТ 2226–88 Мешки бумажные. Технические условия
ГОСТ 2477–65 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды
ГОСТ 2517–85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ГОСТ 2603–79 Ацетон. Технические условия
ГОСТ 4255–75 Нефтепродукты. Метод определения температуры плавления по Жукову
ГОСТ 5955–75 Бензол. Технические условия
ГОСТ 6307–75 Нефтепродукты. Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей
ГОСТ 6356–75 Нефтепродукты. Продукты химические органические. Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле
ГОСТ 6370–83 Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей
ГОСТ 9090–81 Парафины нефтяные. Метод определения масла
ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10120–71 Парафины нефтяные. Метод определения фракционного состава
ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная, лабораторная. Технические условия
ГОСТ 14192–96 Маркировка грузов
ГОСТ 17811–78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия
ГОСТ 19433–88 Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 19908–90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 24104–88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные, стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25337–82 Парафины нефтяные. Метод определения цвета на колориметре
ГОСТ 25771–83 Парафины и церезины нефтяные. Метод определения пенетрации иглой
ISO 2207:1980 Petroleum waxes — Determination of congealing point (Парафіни нафтові. Метод визначання температури плавлення)
ISO 2908:1974 Petroleum waxes — Determination of oil content (Парафіни нафтові. Метод визначення масової частки оливи)
ISO 2719:1988 Petroleum products and lubricants — Determination of flash point — Pensky-Martens closed cup method (Нафтові продукти та мастильні матеріали. Визначання температури спалаху в закритому тиглі за методом Пенскі-Мартенса)
ISO 3733:1976 Petroleum products and bituminous materials — Determination of water — Distillation method (Нафтові продукти та бітумінозні матеріали. Визначання вмісту води перегонкою)
ISO 3841:1977 Petroleum waxes — Determination of melting point (cooling curve) (Парафіни нафтові. Метод визначання температури плавлення (крива охолодження)).

3 КЛАСИФІКАЦІЯ

3.1 За показником «вміст оливи» парафіни поділяють на високоочищені (масова частка оливи не більше ніж 0,8 %), очищені (масова частка оливи не більше ніж 2,8 %) і неочищені (масова частка оливи не більше ніж 5,0 %).

3.2 Залежно від ступеня очищеності та сфери застосування розрізняють такі марки парафінів:
— X-1 — високоочищений парафін, який використовують для виготовлення тари та паковальних матеріалів жорсткої конструкції, клеїв та розплавів, що приторкаються до харчових продуктів за підвищених температур для виготовлення косметичних препаратів та в фармацевтичній промисловості;

— X-2 — високоочищений парафін, який використовують для покривання та насичування гнучкого пакування харчових продуктів, що зберігає еластичність за знижених температур, а також як ком-

понент сплавів для покривання дерев'яних, бетонних, металевих ємностей, що призначені для зберігання харчових продуктів; у виробництві різних воскових сумішей; у виробках медичної техніки та косметичних препаратах;

— В₅₃, В₅₅, В₅₇, В₆₀ — високоочищені парафіни, призначені для використання в різних сферах промисловості, де існують особливі вимоги до чистоти виробів;

— Т-1, Т-2, Т-3, С — очищені парафіни, призначені якнайчастіше як сировинні матеріали у різних сферах промисловості:

— Т-1 — використовують для виготовлення товарів побутової хімії, зокрема свічок, та в інших сферах промисловості,

— Т-2 — використовують в хімічній, нафтохімічній та в інших сферах промисловості,

— Т-3 — використовують для просочування та покривання технічних сортів паперу, картону, текстилю, дерев'яних та металевих поверхонь, в нафтохімічній промисловості,

— С — використовують в нафтохімічній промисловості для виробництва синтетичних жирних кислот;

— Нс — неочищений парафін, який використовують для виробництва сірників та в інших сферах промисловості.

Коди ДКПП згідно з державним класифікатором ДК 016 та відповідні їм коди ОКП наведено у додатку А.

Приклад позначки продукції у разі замовлення:

Парафін нафтовий твердий марки Х-1 згідно з ДСТУ ХХХХ.

4 ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

4.1 Парафіни треба виготовляти відповідно до вимог цього стандарту із сировини та за технологією, що затверджені у встановленому порядку.

4.2 За фізико-хімічними показниками парафіни повинні відповідати вимогам і нормам, наведеним у таблиці 1.

4.3 Пакування та маркування

4.3.1 Пакування

Пакування парафінів, які мають форму плит, луски, гранул тощо виконують згідно з ГОСТ 1510 з урахуванням вимог чинного законодавства України з доповненням: пакування парафінів, яке гарантує зберігання споживчих властивостей, виконують у багат шарові паперові мішки згідно з ГОСТ 2226, полімерні мішки згідно з ГОСТ 17811, або в інші типи тари згідно з ГОСТ 1510, за погодженням зі споживачем.

Границі допустимого відхилення від номінального значення від 15 до 25 кг — 1 % згідно з Р 50-056 [1]. Пакування парафінів на експорт виконують відповідно до вимог контракту.

4.3.2 Маркування парафінів виконують згідно з ГОСТ 1510 з урахуванням вимог чинного законодавства України.

4.3.3 Текст маркування для продукції повинен мати такі відомості:

— назву підприємства-виробника, його адреса та товарний знак;

— назву продукту; його марка;

— позначку цього стандарту;

— масу нетто (кг);

— дату виготовлення (місяць, рік);

— умови зберігання;

— знак відповідності згідно з ДСТУ 2296 (якщо продукція сертифікована);

— штрих-код EAN.

Маркують парафіни на експорт відповідно до вимог контракту.

4.3.4 Транспортне маркування згідно з ГОСТ 14192. Маркування, що характеризує транспортну безпеку вантажу згідно з ГОСТ 19433 (клас 9, підклас 9.1, класифікаційний шифр 9133).

Продукція, що пройшла сертифікування, повинна мати сертифікат відповідності і (або) маркуватися знаком відповідності згідно з ДСТУ 2296 відповідно до порядку сертифікування, встановленого в системі УкрСЕПРО.

Таблиця 1 — Фізико-хімічні властивості парафінів

Назва показника	Норми для марок										Метод випробовування	
	X-1	X-2	V ₅₃	V ₅₅	V ₅₇	V ₆₀	T-1	T-2	T-3	C		Hc
1 Зовнішній вигляд	Кристалічна маса білого кольору										Візуально	
2 Температура плавлення, °С	Не нижче 54	Не нижче 52	52—54	54—56	56—58	58—62	Не нижче 52	Не нижче 52	Не нижче 50	45—52	Не нижче 48	Для X-1, X-2, V ₅₃ , V ₅₅ , V ₅₇ , V ₆₀ згідно з ГОСТ 4255 або ISO 3841 Арбітражний ГОСТ 4255 Для інших — відповідно до 8.2 або ISO 2207 Арбітражний — відповідно до 8.2
3 Масова частка оливи, %, не більше ніж	0,45	0,8	0,45	0,45	0,45	0,45	1,7	2,2	2,8	2,2	5,0	Згідно з ГОСТ 9090 або 8.3 або ISO 2908 Арбітражний — згідно з ГОСТ 9090
4 Колір, умовні марки, не більше ніж	3	4	3	3	3	3	9	10	12	12	—	Згідно з ГОСТ 25337
5 Пенетрація голкою за температури 25 °С, одиниці, не більше ніж	—	—	16	14	13	12	—	—	—	—	—	Згідно з ГОСТ 25771 або DIN 51579 Арбітражний — згідно з ГОСТ 25771
6 Вміст бенз-α-пірену	Відсутність										Відповідно до 8.4	
7 Масова частка води, %	Відсутність										Згідно з ГОСТ 2477 або ISO 3733 Арбітражний — згідно з ГОСТ 2447	
8 Запах	Відсутність										Відповідно до 8.5	

Закінчення таблиці 1

Назва показника	Норми для марок											Метод випробування			
	X-1	X-2	V ₅₃	V ₅₅	V ₅₇	V ₆₀	T-1	T-2	T-3	C	Hc				
9 Температура спалахнення в закритому тиглі, °С, не нижче ніж	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	160	—	Згідно з ГОСТ 6356 або ISO 2719 Арбітражний — згідно з ГОСТ 6356
10 Фракційний склад: — до температури не нижче ніж 320 °С, випає, % — до 400 °С переганяють, % не менше — до 425 °С переганяють, % не менше — до температури не вище ніж 460 °С переганяють, %	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5	—	Згідно з ГОСТ 10120
11 Масова частка сульфору, %	Відсутність	Відсутність	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	Не більше ніж 5·10 ⁻²	—	Згідно з ГОСТ 1437
12 Вміст механічних домішок	Відсутність											—	Згідно з ГОСТ 6370		
13 Вміст фурфуролу	Відсутність	Відсутність	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	Відсутність	—	Згідно з ГОСТ 1520
14 Вміст фенолу	Відсутність	Відсутність	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	Відсутність	—	Згідно з ГОСТ 1057
15 Вміст водорозчинних кислот та лугів	Відсутність											—	Згідно з ГОСТ 6307		
<p>Примітка 1. Допускається визначення кольору парафінів згідно з ISO 2049 або іншими методами згідно з національними чи міжнародними стандартами.</p> <p>Примітка 2. Для парафіну марки Hc допустимим є світло-коричневий колір.</p> <p>Примітка 3. Показник вмісту фенолу визначають для парафінів, отриманих із рафінатів фенольного очищення.</p>															

5 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

5.1 Клас небезпеки згідно з ГОСТ 12.1.007:

- у разі інгаляційного впливання — 4 (речовини малонебезпечні);
- у разі потрапляння в шлунок — 4 (речовини малонебезпечні);
- у разі нанесення на шкіру — 4 (речовини малонебезпечні).

5.2 Парафіни згідно з ГОСТ 12.1.044 є горючими пожежонебезпечними речовинами і мають температуру спалахнення не нижче ніж 160 °С, температуру самозаймання не нижче ніж 300 °С.

Парафіни не викликають подразнювальної дії у разі багаторазового потрапляння на шкіру. У разі потрапляння на слизові оболонки викликають слабку іригатиивну дію. Для парафінів характерна слабка кумулятивна активність, вони не викликають сенсibiliзування організму.

5.3 Контролювання повітря робочої зони в умовах виробництва та застосування проводять на наявність аерозолі оливи нафтової (ГДК = 5 мг/м³) згідно з ГОСТ 12.1.005 та пари вуглеводнів (ГДК = 300 мг/м³ в перерахуванні на карбон) згідно з ГОСТ 12.1.005.

5.4 Виробничі приміщення, де використовують та зберігають парафіни, повинні бути обладнані припливно-витяговою вентиляцією згідно з СНиП 2.04.05 [2] та ГОСТ 12.4.021, водопровідною системою та каналізацією згідно з СНиП 2.04.01 [3], опаленням згідно з СНиП 2.04.05 [2], повинні виконуватися вимоги ДСН 3.3.6.037 [4], ДСН 3.3.6.039 [5], ДСН 3.3.6.042[6].

5.5 Обладнання має бути захищене від статичної електрики засобами захисту згідно з ГОСТ 12.4.124 та ДНАОП 0.00-1.29 [7] (питомий об'ємний електричний опір парафінів становить від 10¹⁰ до 10¹⁶ Ом·м).

5.6 За ступенем пожежної небезпеки приміщення, де виконуються роботи з парафінами, згідно з ОНТП 24, відносяться до категорії В - пожежонебезпечні. Вибухопожежонебезпечні зони виробничих приміщень, згідно з ДНАОП 0.00-1.32 [8], повинні відповідати класу 2. Під час роботи в цих приміщеннях повинні виконуватися НАПБ А 01.001 [10].

У приміщенні, де використовують та зберігають парафіни, заборонено застосовувати відкрите полум'я, освітлення повинно бути у вибухобезпечному виконанні згідно з СНиП 23-05 [11].

5.7 Не дозволено тривале зберігання парафінів, нагрітих вище ніж 140 °С, у відкритих вмістищах. Заборонено короткочасне нагрівання парафінів до температури вище ніж 280 °С.

5.8 У разі загорання невеликої кількості парафінів їх полум'я гасять вогнегасниками марки ОХП-10, сухим піском, повстиною; у разі значного загорання використовують такі засоби пожежогасіння: вогнегасники з розпиленою водою, піну, вогнегасні порошки класів В та АВС (універсальні); у разі об'ємного гасіння — вуглекислий газ, вогнегасні порошки класів В, АВС та засоби аерозольного гасіння.

5.9 Під час операцій зливання, наливання необхідно вживати захисні заходи від дії статичної електрики. Апарати, вмістища, трубопроводи, зливні, наливні та перекачувальні пристрої повинні бути заземлені згідно з ГОСТ 12.4.124.

5.10 Розплавлений парафін розлитий на відкритому майданчику необхідно, після того, як він застигне, ретельно зібрати застиглу масу, а місце розливання засипати піском.

5.11 Під час роботи з розплавленим парафіном необхідно дотримуватись правил безпеки для уникнення опіків.

5.12 Під час роботи з парафінами необхідно використовувати індивідуальні засоби захисту, передбачені типовими галузевими нормами, затвердженими у встановленому порядку:

- костюми для захисту від нафти і нафтопродуктів згідно з ДСТУ 3962;
- взуття спеціальне шкіряне для захисту від нафти і нафтопродуктів згідно з ДСТУ 3962;
- рукавиці спеціальні згідно з ГОСТ 12.4.010;
- окуляри захисні типу ЗМ згідно з ГОСТ 12.4.013;
- захисні пасти.

Персонал, що працює з парафінами, повинен проходити попередні і періодичні медогляди згідно з ДНАОП 0.03-4.02 [12].

6 ВИМОГИ ОХОРОНИ ДОВКІЛЛЯ

6.1 Під час виробництва парафінів не виділяються забруднювальні речовини, які б утворювали вторинні шкідливі сполуки.

Під час зберігання, транспортування та застосування парафінів стічні води не утворюються, ґрунт не забруднюється. Можливість забруднення може виникнути тільки в разі порушення умов проведення регламентних робіт.

6.2 Для захисту довкілля треба запобігати розливанню парафінів, дотримуватися технологічних регламентів їх виробництва і застосування.

7 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

7.1 Парафіни приймають партіями. Партією вважають будь-яку кількість парафіну, яка виготовлена впродовж безперервного технологічного процесу за затвердженою технологією, однорідна за компонентним складом і показниками якості, її супроводжують одним документом щодо якості, оформленим згідно з ГОСТ 1510.

7.2 Порядок відбирання проб парафіну, складання об'єднаної проби та об'єм вибірки — згідно з ГОСТ 2517.

7.3 Парафіни підлягають приймальним, кваліфікаційним, приймально-здавальним, періодичним, типовим та сертифікаційним випробовуванням: приймальним — відповідно до 5.1, 5.2 та пунктів 1—14 таблиці 1; кваліфікаційним — за програмою, затвердженою у встановленому порядку; приймально-здавальним — відповідно до пунктів 1—5, 7, 8, 13, таблиці 1 та 4.3; періодичним — відповідно до пунктів 9, 10, 11, 12 таблиці 1 не рідше одного разу на місяць, відповідно до пункту 14 таблиці 1 не рідше одного разу на 3 місяці, відповідно до пункту 6 таблиці 1 не рідше 1 разу на рік, типовим — у разі зміни технології за програмою, затвердженою у встановленому порядку; сертифікаційним — відповідно до показників 1—14 таблиці 1.

7.4 У разі одержання незадовільних результатів приймально-здавальних випробовувань хоча б одного з показників проводять повторні випробовування знов відібраної проби з тієї сомо вибірки. Результати повторних випробовувань вважають остаточними і ці результати поширюються на всю партію.

7.5 У разі одержання незадовільних результатів періодичних випробовувань виробник переводить випробовування за даним показником в категорію приймально-здавальних до одержання позитивних результатів не менше ніж для трьох партій підряд.

7.6 Для перевіряння відповідності пакування та маркування вимогам 4.3 та 4.3.2 відбирають 3 % упаковок одиниць, але не менше трьох. У разі отримання незадовільних результатів перевіряють подвійною вибіркою.

Результати повторного перевіряння розповсюджуються на всю партію.

8 МЕТОДИ КОНТРОЛЮВАННЯ

8.1 Пробу парафінів відбирають згідно з ГОСТ 2517. Маса об'єднаної проби становить 2 кг. Методи контролювання вказано в графі «Методи випробовування» таблиці 1.

8.2 Визначання температури плавлення

8.2.1 Засоби контролювання та допоміжні пристрої:

- пробірка скляна зі сферичним дном, внутрішнім діаметром (30 ± 1) мм та висотою (130 ± 5) мм;
- термометр ртутний типу ТН-5 згідно з ГОСТ 400;
- баня водяна або електрична плитка закритого типу;
- склянка В-1-50 ТС згідно з ГОСТ 25336, або інша термостійка склянка місткістю 50, 100 см³.

8.2.2 Проведення випробовування

Пробу парафіну розплавляють в склянці, нагрівають на водяній бані або електричній плитці закритого типу, у цьому разі не допускають місцевих перегрівань.

Кульку термометра занурюють у розплавлений парафін. Після цього термометр виймають з парафіну і закріплюють у пробірці корком. Пробірку з термометром нагрівають на водяній бані, доки крапля парафіну на термометрі не розплавиться. Пробірку з термометром похитують на повітрі.

Температура, за якої крапля парафіну твердіє на кульці термометра, приймають за температуру плавлення парафіну. За результат випробовування приймають середнє арифметичне двох паралельних визначань, розходження між якими не повинно перевищувати 0,2 °С.

8.3 Визначання масової частки оливи

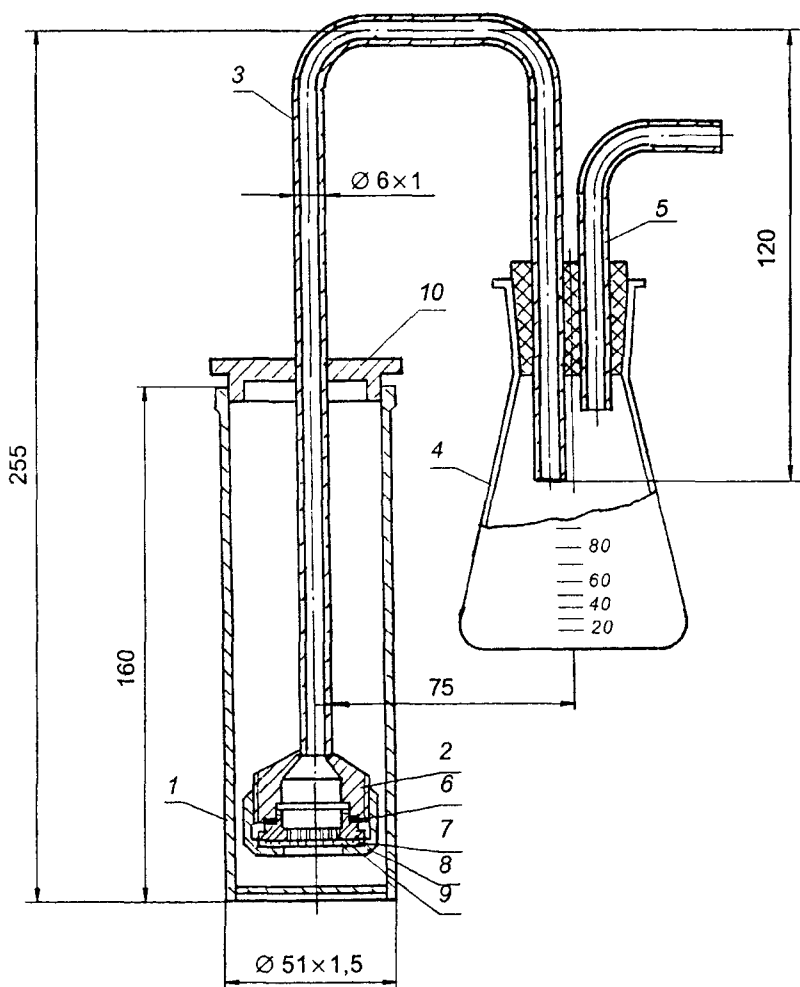
8.3.1 Засоби контролювання та допоміжні пристрої:

— прилад для визначання масової частки оливи у парафіні (рисунок 1), в комплект якого входять:

— фільтр для фільтрування під вакуумом, який складається з корпуса, до якого натискувальною гайкою щільно приєднують металеву решітку (діаметром 20 мм з 136 отворами діаметром 1 мм) з накладеним на неї фільтрувальним папером (фільтрат із корпуса виводять через трубку),

— колба конічна типу К_ц-1-100-14/23 ТХС згідно з ГОСТ 25336 для приймання фільтрату, у горловину колби вставляють гумовий корок, через який пропущені кінець вихідної трубки фільтра та трубка для приєднання приладу до вакуумного насоса,

— металева або склянка для розчину парафіну, в який занурюють фільтр;



1 — металевий стакан; 2 — фільтр для фільтрування під вакуумом;
3 — трубка для під'єднання до вакуумного насоса; 4 — колба приймальна; 5 — трубка відвідна;
6 — прокладка; 7 — фільтрувальний папір; 8 — натискувальна гайка; 9 — решітка; 10 — кришка.

Рисунок 1 — Прилад для визначання оливи в парафінах

Примітка. Для фільтрування можна застосовувати зворотні фільтрувальні лійки з пористою скляною пластинкою ВФО 20-ПОР, 16 ХС згідно з ГОСТ 25336.

- ваги зразкові 1а згідно з ГОСТ 24104;
- вакуумний насос, що створює розрідження;
- баня водяна для підігрівання;
- баня для охолоджувальної суміші;
- холодильник лабораторний згідно з ГОСТ 25336;
- мішалка кільцева;
- термометр ртутний ТН-6 згідно з ГОСТ 400;
- термометр ртутний лабораторний згідно з чинними нормативними документами [13] з інтервалом вимірюваних температур від 0 до 100 °С;
- колби конічні типу К_ч -1-100-14/23 ТХС згідно з ГОСТ 25336;
- склянки згідно з ГОСТ 25336, місткістю 50 см³;
- папір фільтрувальний лабораторний марки ФБ або ФС згідно з ГОСТ 12026;
- ацетон згідно з ГОСТ 2603, бензол згідно з ГОСТ 5955, ацетоно-бензолна суміш у співвідношенні 4:1 (за об'ємом), метилетилкетон (розчинники повинні бути свіжоперегнаними та просушеними над хлоридом кальцію);
- охолоджувальні суміші: кухонна сіль, або тверда вуглекислота та гас, або бензин з температурою початку кипіння вище ніж 120 °С.

8.3.2 Проведення випробовування

Конічну колбу для приймання фільтрату зважують з похибкою не більше ніж 0,0002 г.

Пробу випробовуваного парафіну масою (30 ± 5) г розплавляють на водяній бані і у разі наявності вологи або механічних домішок фільтрують за температури 60—70 °С через фільтрувальний папір.

У склянці приладу зважують з похибкою не більше ніж 0,01 г (10 ± 0,1) г парафіну і після розплавлення парафіну на водяній бані додають зважені з тією самою похибкою (100 ± 0,1) г ацетоно-бензолної суміші або метилетилкетону.

У склянку з розчинником і парафіном занурюють мішалку та термометр і безперервно перемішуючи нагрівають суміш до повного розчинення парафіну. Переносять склянку в охолоджувальну баню, яка має температуру мінус (22 ± 0,5) °С, одночасно занурюють склянку з фільтром для фільтрування під вакуумом.

Суміш парафіну з розчинником охолоджують до мінус (20 ± 0,5) °С та витримують за цієї температури протягом 5-ти хв.

Періодично суміш перемішують за допомогою кільцевої мішалки, щоб запобігти виникненню грудок парафіну.

В охолоджену суміш занурюють охолоджений фільтр і під'єднують за допомогою гумового корка колбу для приймання фільтрату. Зібраний прилад приєднують до вакуумного насоса зі відсмоктують у колбу від 35 до 50 см³ фільтрату.

Колбу з фільтратом зважують з похибкою не більше ніж 0,01 г.

До колби з фільтратом приєднують холодильник і на водяній бані відганяють розчинник. Холодильник від'єднують і залишки розчинника випаровують протягом 30-ти хв, розмістивши колбу у термостаті за температури (105 ± 2) °С.

Колбу з оливою охолоджують на повітрі за кімнатної температури протягом 30-ти хв. Потім зважують з похибкою не більше ніж 0,0005 г.

8.3.3 Оброблення результатів

Масову частку оливи у випробовуваному парафіні (X_1) у відсотках обчислюють за такою формулою:

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot m_2 \cdot 100}{m_3 \cdot m_4 \cdot (m_1 - m_4)}, \quad (1)$$

- де m_1 — маса залишку оливи у колбі після відганяння розчинника, г;
 m_2 — маса розчинника для розчинення проби парафіну, г;
 m_3 — маса проби парафіну, г;
 m_4 — маса відібраного у колбу фільтрату, г.

За результат випробовування приймають середнє арифметичне двох паралельних визначань, різниця між якими не повинна перевищувати такі величини:

- за масової частки оливи до 2,0 % допустиме розходження — 0,2 % ;
- за масової частки оливи більше ніж 2,0 % допустиме розходження — 0,5 %.

8.4 Визначання наявності бенз- α -пірену

8.4.1 Суть методу

Метод полягає в екстрагуванні із парафіну поліциклічних ароматичних вуглеводнів циклогексаном, реекстрагуванні нітрометаном, у хроматографічному фракціюванні в тонкому шарі оксиду алюмінію для виділення індивідуальних сполук з наступним низькотемпературним спектральним люмінесцентним аналізуваннєм виділених фракцій та якісним визначаннєм присутності бенз- α -пірену.

8.4.2 Засоби контролювання та допоміжні пристрої:

- комплекс спектральний обчислювальний універсальний КСВУ-23 з будь-яким реєструвальним пристроєм;
- опромінювач хроматографічний згідно з чинними нормативними документами [14];
- ртутно-кварцова лампа типу ДРШ-500 згідно з чинними нормативними документами [15];
- ротаційний випарювальник типу ИР-1М2 згідно з чинними нормативними документами [16], або перегонний пристрій;
- чашка кристалізаційна ЧКЦ-25000 згідно з ГОСТ 25336;
- колонка хроматографічна з внутрішнім діаметром 11—15 мм, висотою робочої частини 130—150 мм;
- пластинки скляні для хроматографії в тонкому шарі адсорбенту розміром (130 × 180) мм;
- колби плоскодонні типу П-1-100-29/32 ТХС, П-1-250-29/32 ТХС згідно з ГОСТ 25336;
- лійки фільтрувальні ВФ-2-32-ПОР 100 ТХС згідно з ГОСТ 25336;
- насос водострумний згідно з ГОСТ 25336;
- посудини Дюара кварцові місткістю 1 л;
- посудини Дюара металеві типу СК-16 згідно з чинними нормативними документами [17];
- пробірки з кварцового скла висотою 300 мм і внутрішнім діаметром 16 мм згідно з ГОСТ 19908 з відміткою на висоті 4 мм від дна пробірки;
- вага технічна Т1-200 загальної призначеності, 2 кл. точності згідно з ГОСТ 24104;
- оксид алюмінію «для хроматографії» згідно з чинними нормативними документами [18];
- *n*-гексан «для хроматографії» згідно з чинними нормативними документами [19];
- ацетон — згідно з ГОСТ 2603;
- нітрометан — згідно з чинними нормативними документами [20];
- циклогексан марки х.ч.— згідно з чинними нормативними документами [21];
- азот рідкий технічний — згідно з ГОСТ 9293.

8.4.3 Проведення випробовування

Для екстрагування поліциклічних ароматичних вуглеводнів із парафіну проводять адсорбційне очищення на хроматографічній колонці. Колонку заповнюють оксидом алюмінію в кількості 15 г. Оксид алюмінію не потребує попереднього оброблення. Адсорбент в колонці змочують розчинником — циклогексаном. Зважують з точністю до 0,01 г стружку парафіну масою 1,0 г, зняту не менш ніж в трьох різних місцях зразка парафіну і розчиняють в 4 мл циклогексану. Розчин обережно виливають в підготовлену колонку і промивають розчинником доти, доки з колонки не піде чистий розчинник (перевіряня за коефіцієнтом заломлення циклогексану).

Отриманий з низу колонки циклогексановий розчин екстракту переносять в ділильну лійку і тричі додають по 15 мл нітрометану, кожного разу зливаючи нижній шар розчину в колбу. Отриманий нітрометановий екстракт випаровують на ротаційному випарнику та водяній бані до утворення сухого залишку.

На скляну пластинку наносять просіяний оксид алюмінію з розмірами часток (0,005—0,008) мм, скляною паличкою розрівнюють адсорбент так, щоб отримати шар товщиною 1 мм.

Екстракт розчиняють в 10 мл ацетону та наносять мікропіпеткою на пластинку на відстані 25—30 мм від її нижнього краю в чотирьох точках по 0,05 мл у кожену.

Пластинку з нанесеною пробою встановлюють під кутом ($\approx 30^\circ$) у накритий склом кристалізатор, попередньо заповнений *n*-гексаном таким чином, щоб рівень розчинника досягав нижнього краю пластини.

Час проведення хроматографії 30—40 хв.

Після того, як рівень розчинника підніметься до верхньої частини пластинки, її виймають з кристалізатора. Розділені на фракції речовини під контролем УФ-лампи знімають з пластини за допомогою насоса на фільтрувальну лійку з пористою перегородкою ВФ-2. Екстрагування речовин з оксиду алюмінію проводять *n*-гексаном також під контролем УФ-лампи.

Отриманий екстракт переносять в пробірки з кварцового скла і доводять *n*-гексаном до мітки (4 мл). Для якісної оцінки вмісту бенз- α -пірену застосовують комплекс спектральний обчислювальний універсальний, який складається з УФ-лампи, монохроматора і реєструвального пристрою. Пробірку з пробою поміщають в посудину Дюара з рідким азотом і опромінюють УФ-лампою, обладнаною скляним фільтром УФ-2, щоб визначати необхідну ділянку збудженості люмінесценції бенз- α -пірену. Спектр люмінесценції в межах (400—410) нм реєструють на виході з монохроматора. Лінія спектру 403,0 нм, що характерна для люмінесценції бенз- α -пірену, повинна бути відсутня (тобто наявність бенз- α -пірену у зразку парафіну знаходиться нижче межі визначання його цим методом — 10^{-10} г/г).

8.4.4 Допускається визначання бенз- α -пірену в парафінах з використанням вітчизняних або іноземних приладів з аналогічними метрологічними характеристиками та призначеністю згідно з інструкціями до них.

8.5 Визначання запаху

8.5.1 Засоби контролювання та допоміжні пристрої:

- склянки місткістю не менше ніж 150 см^3 згідно з ГОСТ 25336;
- баня водяна;
- випарювальна фарфорова чашка або чашка Петрі;
- ніж.

8.5.2 Проведення випробовування

Приблизно 100 г парафіну поміщають в склянку, розплавляють на водяній бані і дають застигнути. За допомогою ножа відбирають 5—10 г парафіну і переносять у випарювальну фарфорову чашку або чашку Петрі.

Парафін не повинен мати чітко вираженого запаху.

8.6 Маркування і пакування парафінів нафтових твердих контролюють візуально

8.7 Показники «Температуру спалахнення, визначену у закритому тиглі» та «Температуру займання» контролюють згідно з ГОСТ 12.1.044.

8.8 Повітря робочої зони щодо наявності аерозолі оливи нафтової контролюють відповідно до МУ № 2328 [22]; щодо наявності пари вуглеводнів аліфатичних відповідно до МУ № 2896 [23].

8.9 Періодичність контролювання повітря робочої зони встановлюють згідно з ГОСТ 12.1.005.

9 ТРАНСПОРТУВАННЯ І ЗБЕРІГАННЯ

Транспортування і зберігання парафінів згідно з ГОСТ 1510. Допускається за домовленості зі споживачем транспортувати розплав парафіну за температури не вище ніж 100°C в автомобільних чи залізничних цистернах, які обладнані спеціальним зливним пристроєм.

Транспортувати та зберігати парафіни необхідно з дотриманням вимог пожежної безпеки згідно з ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.010, НАПБА 01. 001 [10] та інструкцій пожежної безпеки, що розроблені на кожному підприємстві з урахуванням його специфіки.

10 ГАРАНТІЇ ВИРОБНИКА

10.1 Виробник гарантує відповідність парафінів вимогам цього стандарту у разі дотримання умов транспортування і зберігання.

10.2 Гарантійний строк зберігання парафінів марок Х — 1 рік з дня виготовлення, парафінів інших марок — 2 роки з дня виготовлення.

Гарантійний строк повинен бути зазначений в паспорті на продукцію.

10.3 Після закінчення гарантійного строку зберігання парафіни можна використовувати за умов підтверджених випробовуванням їх якості на відповідність вимогам цього стандарту.

10.4 Розробник цього стандарту та виробник парафінів не приймає на себе відповідальності за результати його застосування не за прямою призначеністю або за умов, не передбачених цим стандартом, або без дотримання встановлених заходів перестороги.

ДОДАТОК А
(довідковий)

КОДИ ДКПП ТА ВІДПОВІДНІ ЇМ ОКП

Таблиця А 1

Марки парафіну	Код ДКПП	Код ОКП
Х-1	23.20.31	02 5511 0111
Х-2	23.20.31	02 5511 0121
В ₅₃	23.20.31	02 5511 0221
В ₅₅	23.20.31	02 5511 0231
В ₅₇	23.20.31	02 5511 0241
В ₆₀	23.20.31	02 5511 0251
Т-1	23.20.31	02 5511 0311
Т-2	23.20.31	02 5511 0312
Т-3	23 20 31	02 5511 0313
С	23 20 31	02 5511 0321
Н _с	23 20 31	02 5512 0102

ДОДАТОК Б
(рекомендований)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Р 50-056–96 Продукція фасована в пакованні. Загальні вимоги до кількості
- 2 СНиП 2.04.05–91 Отопление, вентиляция и кондиционирование воздуха, (СантехНИИпроект)
- 3 СНиП 2.04.01–85 Внутренний водопровод и канализация зданий, (СантехНИИпроект)
- 4 ДСН 3.3.6.037–99 Державні санітарні норми виробничого шуму, ультразвуку та інфразвуку
- 5 ДСН 3.3.6.039–99 Державні санітарні норми виробничої загальної та локальної вібрації
- 6 ДСН 3.3.6.042–99 Державні санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень
- 7 ДНАОП 0.00-1.29–97 Правила захисту від статичної електрики. / Затв. нак. Держнаглядохорон-праці України від 22.04.97 № 103. Надано чинності з 01.09.97, «Основа», 1997 р.
- 8 ДНАОП 0.00-1.32–2001 Правила будови електроустановок, електрообладнання, спеціальних установок. Затв. наказом Міністерства праці та соціальної політики України 21.06.2001 р., № 272, «Укр-архбудінформ», 2001 р.
- 9 ОНТП 24–86 Определение категорий помещений и зданий по взрывоопасной и пожарной опасности, затверджені МВС СРСР, 27.02.86 р.
- 10 НАПБ А 0.1.001–95 Правила пожежної безпеки в Україні. Зареєстровано Мінюстом України від 14.07.95 № 219/755. Надано чинності наказом МВС України від 22.06.95 № 400, «Укрархбудінформ», 1995 р.
- 11 СНиП 23-05–93 Естественное и искусственное освещение, (СантехНИИпроект)
- 12 ДНАОП 0.03-4.02–94. Положення про порядок проведення медичних оглядів працівників певних категорій. Затверджене наказом МОЗ України від 31.03.1994 № 45
- 13 ТУ 25-2021.003–88 Термометры ртутные, стеклянные лабораторные
- 14 ТУ 4215-004-16943778–99 Облучатель хроматографический УФС-254/365
- 15 ТУ 16-535.281–83 Лампа дуговая ртутно-шаровая типа ДРШ-250, 500
- 16 ТУ 25-1178-102–84 Испаритель ротационный типа ИР-1М2
- 17 ТУ 26-04-622–88 Посудини кріогенні СК-16
- 18 ТУ 6-09-3916–75 Алюминия окись для хроматографии
- 19 ТУ 6-09-3375–78 Гексан для хроматографии
- 20 ТУ 6-09-11-876–77 Нитрометан для хроматографии
- 21 ТУ 14198–78 Циклогексан для хроматографии
- 22 МУ 2328–81 Методические указания на газохроматографическое определение суммарного содержания парафиновых углеводородов C₁-C₁₀ и ароматических углеводородов в воздухе
- 23 МУ 2896–83 Методические указания по спектрометрическому измерению концентрации масляных аэрозолей в воздухе рабочей зоны
- 24 DIN 51579 Testing of paraffin. Determination of Needle Penetration (Парафіни нафтові. Метод визначання пенетрації голкою).

75.140

Ключові слова: парафіни нафтові, технічні вимоги, приймання, вимоги безпеки, транспортування.

Редактор **О. Чихман**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Нагорна**
Комп'ютерна верстка **С. Павленко**

Підписано до друку 18.12 2003. Формат 60 × 84 1/8.
Ум друк. арк. 1,86. Зам **3949** Ціна договірна

Редакційно-видавничий відділ ДП «УкрНДНЦ»
03150, Київ-150, вул. Горького, 174