ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОКСУЕМОСТИ ПО КОНРАДСОНУ

ГОСТ 19932—74
(СТ СЭВ 3966—83)

Издание официальное

БЗ 1—94

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.621:543.824.4(083.74) Группа Б09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения коксуемости по Конрадсону

Petroleum products. Method of Conradson coking capacity test

ГОСТ 19932—74 (СТ СЭВ 3966—83)

ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты и устанавливает метод определения коксуемости.

Сущность метода заключается в сжигании испытуемого нефтепродукта и определении массы коксового остатка.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3966—83 и ИСО 6615—83.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. При определении коксового остатка в нефтепродуктах применяют:

аппарат для определения коксуемости нефтепродуктов по ГОСТ 1366—81 (допускается применение аппарата другой конструкции, дающего аналогичные результаты);

тигли низкие фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147—80;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

горелку газовую;

печь муфельную, обеспечивающую температуру (800±50) °С;

щипцы тигельные или пинцет никелированный;

секундомер по ГОСТ 5072—79 или часы любой марки;

асбест листовой толщиной 3—5 мм;

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1974

© Издательство стандартов, 1995

Переиздание с изменениями

аппарат для разгонки нефтепродуктов типа АРНС или аппарат другого типа, обеспечивающий получение результатов в соответствии с точностью метода;

термометр по ГОСТ 400—80, типа ТН-7 или любой другой термометр с ценой деления не более 1 °С;

цилиндры измерительные 1—50, 3—50, 1—100, 3—100 по ГОСТ 1770—74;

колбы КРН-100 ТС и КН-2—50 ТХС по ГОСТ 25336—82;

соль поваренную пищевую по ГОСТ 13830—84 или другое твердое обезвоживающее вещество;

песок предварительно прокаленный в муфельной печи при 650 °С в течение 2 ч;

весы лабораторные общего назначения с максимальным пределом взвешивания 200 г 2-го класса точности или другие той же точности.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1а. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 2517—85.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.1. Чистый фарфоровый тигель прокаливают 2 ч на горелке или в муфельной печи при (800±50) °С, затем охлаждают 1—2 мин на воздухе, и 1 ч в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют, допускаемые расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не должны превышать 0,0004 г.

2.2. Пробу испытуемого нефтепродукта перемешивают 5 мин встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на $^3/_4$ объема.

Вязкие и парафинистые продукты предварительно нагревают до 50—60 °С.

2.3. При содержании воды в нефтепродукте более 0,5 % пробу нефтепродукта обезвоживают фильтрованием через прокаленную поваренную соль или другое твердое обезвоживающее вещество.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В фарфоровый тигель, предварительно доведенный до постоянной массы, помещают навеску нефтепродукта, взвешенную с погрешностью, указанной в табл. 1. Величину навески берут в зависимости от предполагаемой коксуемости нефтепродукта в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Коксуемость нефтепродуктов, %	Масса навески нефтепродукта, г
До 5	10±0,01
Св. 5 до 15	5±0,005
Св. 15	3±0,005

Примечание. Если при испытании проба пенится и пена выходит через край тигля, или после сжигания получается коксовый остаток, вздутый до края тигля и больше, или полоса нагара на внешней стороне тигля, то навеску нефтепродукта уменьшают в два раза.

3.2. Фарфоровый тигель с нефтепродуктом помещают во внутренний стальной тигель аппарата и вставляют в наружный стальной тигель, на дне которого насыпан песок.

Оба стальных тигля закрывают крышками. Песка на дне наружного тигля должно быть столько, чтобы крышка внутреннего тигля прилегала изнутри плотно к крышке наружного тигля (песка не должно быть менее 18 и более 24 $см^3$).

Крышка наружного тигля должна закрываться свободно для того, чтобы был обеспечен легкий выход паров, образующихся при нагревании нефтепродукта.

На треножник устанавливают пустотелый муфель аппарата.

3.3. Всю систему тиглей помещают в пустотелый муфель аппарата, центрируют с помощью посадочных лапок, приваренных к наружному тиглю, и закрывают колпаком, обеспечивающим равномерное распределение тепла.

Для обеспечения равномерного горения паров продукта допускается прокладывание асбеста площадью 1 $см^2$ под край колпака.

Аппарат ставят в вытяжной шкаф, в котором не должно быть сильной тяги воздуха.

3.2, 3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.4. Под дно наружного тигля подставляют горелку и замечают время. Пламя горелки должно быть высоким (некоптящим) и такой силы, чтобы нагревание до начала горения паров над колпаком продолжалось (12±2) мин. Более короткий интервал времени приводит к вспениванию продукта или к образованию слишком высокого пламени над колпаком.

При появлении дыма над верхним цилиндром колпака для воспламенения паров передвигают горелку так, чтобы пламя сосредоточилось на одной стороне тигля. Вместо передвижения горелки можно зажечь пары от постороннего источника огня.

3.5. Когда пары загорелись, пламя горелки сильно уменьшают (при необходимости отставляют горелку в сторону на короткое время) и регулируют затем равномерное горение паров так, чтобы высота пламени над колпаком не превышала высоту проволочного мостика (50 мм).

Если пламя перестает показываться над колпаком, усиливают нагрев. Когда горение паров нефтепродукта прекратится и не наблюдается больше образование синего дыма над колпаком, период горения считается законченным.

Этот период должен длиться 13—14 мин для нефтепродуктов с коксуемостью до 1 %, при коксуемости свыше 1 % горение может продолжаться (17±4) мин.

3.4.—3.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. По окончании горения, т. е. когда уже не виден синий дым, увеличивают пламя горелки (при этом внутренний восстановительный конус пламени горелки не должен касаться дна тигля) и накаливают дно и нижнюю часть тигля до красного каления; тигель прокаливают 7 мин.

3.7. После прокаливания горелку удаляют и через 3 мин снимают колпак и крышку наружного тигля, а затем через 15 мин переносят фарфоровый тигель в эксикатор, охлаждают 30—40 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3.8. При определении коксового остатка нефтепродуктов с коксуемостью менее 0,05 % (например дизельных топлив) берут 10 %-ный остаток после перегонки, который получают следующим образом. Перегонку испытуемого нефтепродукта проводят по ГОСТ 2177—82. Для перегонки берут 100 см³ дизельного топлива и отгоняют в мерный цилиндр 89 см³ дистиллята, после этого нагрев прекращают. Дают стечь 1 см³ дистиллята до уровня 90 см³, что составляет 90 % отгона. Дистиллят, отгоняющийся свыше 90 см³, собирают в коническую колбу, туда же сливают без потерь теплый остаток из перегонной колбы.

Для каждого определения проводят перегонку не менее двух раз по 100 см³ нефтепродукта, собирая остатки в одну и ту же коническую колбу. Собранный в колбе 10-ный остаток тщательно перемешивают и для анализа берут (10,00±0,01) г смеси. Далее проводят испытание по п. 3.1—3.7.

В результате определения коксового остатка нефтепродукта указывают: «Коксуемость 10 %-ного остатка».

3.7.—3.8. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Коксуемость нефтепродукта (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса коксового остатка, г;

m_1 — масса испытуемого нефтепродукта (при испытании дизельных топлив — масса 10 %-ного остатка).

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

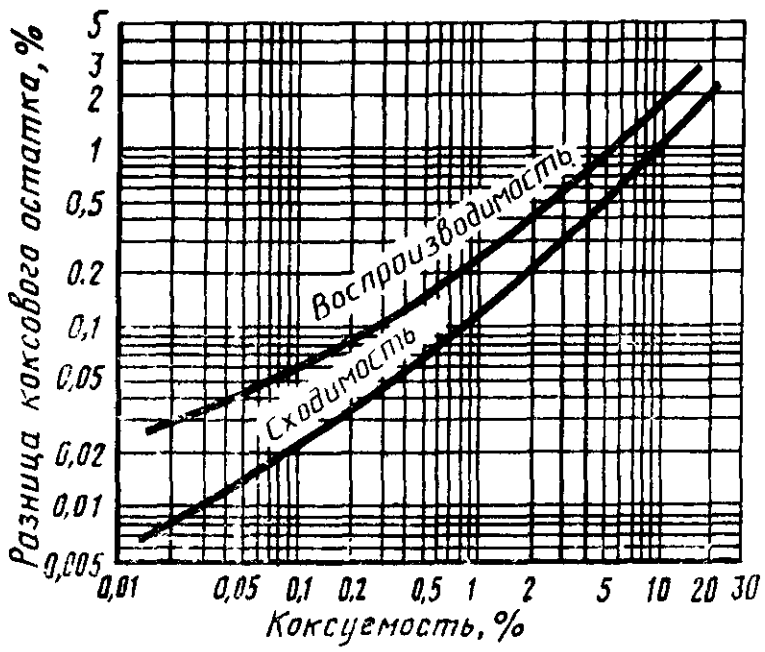
5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость.

Два результата определения, полученные одним исполнителем, считаются достоверными при доверительной вероятности 95 %, если расхождение между ними не превышает значения, указанного на чертеже, для среднего значения результатов испытания.

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, считаются достоверными при доверительной вероятности 95 %, если расхождение между ними не превышает значения, указанного на чертеже, для среднего значения результатов испытания.



Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Е. Д. Радченко; И. Е. Жалнин; Н. П. Соснина; Г. И. Москвина; З. В. Масленникова; В. В. Булатников; В. Д. Милованов; Т. Г. Скрябина; Л. А. Садовникова; Л. Г. Нехамкина; Т. Н. Чекмасова; Т. И. Довгополая

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23 июля 1974 г. № 1749

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5061—49 и ГОСТ 5987—51

4. Соответствует СТ СЭВ 3966—83 и ИСО 6615—83

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 400—80	1.1
ГОСТ 1366—81	1.1
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 2177—82	3.8
ГОСТ 2517—85	2.1а
ГОСТ 9147—80	1.1
ГОСТ 13830—84	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1

6. Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 4—93)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1994 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1979 г., апреле 1984 г. и ноябре 1988 г. (ИУС 2—80, 8—84, 2—89)

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. В. Прокофьева*

Сдано в наб. 08.12.94. Подп. в печ 16.01 95. Усл. п. л. 0,47. Усл. кр.-отт. 0,47. Уч.-изд. л. 0,43. Тир. 524 экз С 1996.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2517
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru