МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33296—
2015**

ТОПЛИВА ОСТАТОЧНЫЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРЯМОГОННОСТИ

Метод определения толуольного эквивалента

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 мая 2015 г. № 77-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2015 г. № 1263-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33296—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Стандарт разработан на основе ГОСТ Р 50837.3—95 «Топлива остаточные. Определение прямогонности. Метод определения толуольного эквивалента»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВА ОСТАТОЧНЫЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРЯМОГОННОСТИ

Метод определения толуольного эквивалента

Residual fuel oils. Test for straight-run. Method for determination of toluene equivalent

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения толуольного эквивалента остаточных топлив в интервале от 0 до 100, содержащих растворимые и нерастворимые в толуоле компоненты.

Метод можно использовать для исследования вакуумных остатков.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25828—83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 29252—91(ИСО 385-2–84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ 33360—2015 Топлива остаточные. Определение прямогонности. Метод определения общего осадка

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Растворение испытуемого материала в стандартных смесях толуола и *н*-гептана с последовательно возрастающей концентрацией толуола и оценка вида пятен, образованных на фильтре соответствующими растворами.

Для образцов, содержащих вещества, нерастворимые в толуоле, раствор остаточного топлива в толуоле фильтруют через фильтр марки Millipore с размером пор 5 мкм, с последующим использованием отфильтрованного раствора для приготовления растворов, содержащих толуол в *н*-гептане в возрастающей концентрации.

4 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

4.1 **толуольный эквивалент** (toluene equivalent): Средняя объемная доля толуола двух раство-

ров, первый из которых в условиях испытания дает на фильтре пятно с кольцевым рисунком, практически не отличающимся от кольцевого рисунка пятна раствора с более высокой концентрацией, и второго – с более низкой концентрацией толуола, где наблюдается отсутствие кольца.

5 Аппаратура, реактивы и материалы

5.1 Баня ультразвуковая с регулируемой температурой, обеспечивающая нагревание до 80 °С.

5.2 Баня водяная.

5.3 Штатив с кольцом диаметром 45 мм.

5.4 Пипетка медицинская.

5.5 Держатель фильтров.

5.6 Фильтры мембранные марки Millipore типа MF с размером пор 5 мкм, диаметром 47 мм, белые, с плоской поверхностью.

5.7 Аппарат для фильтрования по ГОСТ 33360.

5.8 Фильтр пористый стеклянный диаметром 47 мм.

5.9 Насос вакуумный любого типа, обеспечивающий остаточное давление 61,3 кПа.

5.10 Вакуумметр, обеспечивающий измерение с точностью до ±2 кПа (15 мм рт. ст.).

5.11 Микробюретки вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$ по ГОСТ 29252.

5.12 Колбы типа Кн вместимостью 25, 100 или 125 $см^3$ с взаимозаменяемыми конусами по ГОСТ 25336.

5.13 Конденсатор воздушный длиной 200 или 300 мм, наружным диаметром 8 мм, с взаимозаменяемым конусом или с корковой пробкой.

5.14 Толуол квалификации ч. д. а. по ГОСТ 5789.

5.15 Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828.

5.16 Нафта.

5.17 *н*-Гексан квалификации ч. д. а.

Допускается использовать другие аппаратуру и реактивы квалификации не ниже указанной.

6 Проведение испытания

Пробу остаточного топлива отбирают по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, или в соответствии с национальным стандартом на методы отбора проб.

6.1 Испытание остаточных топлив, не содержащих нерастворимых в толуоле компонентов

6.1.1 Заполняют две бюретки вместимостью 10 $см^3$ каждая: одну – толуолом, другую – нормальным эталонным гептаном.

6.1.2 Помещают в три колбы вместимостью 25 $см^3$ каждая по (2,00 ± 0,05) г испытуемого остаточного топлива.

Если толуольный эквивалент неизвестен, готовят следующие растворы. Добавляют в колбы по 10 $см^3$ 40%-ной, 50%-ной и 60%-ной смеси толуола с нормальным эталонным гептаном, для чего из бюреток в первую колбу приливают 4 $см^3$ толуола и 6 $см^3$ нормального эталонного гептана; во вторую – 5 $см^3$ толуола и 5 $см^3$ нормального эталонного гептана; в третью – 6 $см^3$ толуола и 4 $см^3$ нормального эталонного гептана.

6.1.3 Если известен приблизительный (или предполагаемый) толуольный эквивалент, готовят три смеси толуола с нормальным эталонным гептаном: первую – с концентрацией толуола в нормальном эталонном гептане, равной известному (предполагаемому) толуольному эквиваленту; вторую – с концентрацией толуола на 10 % меньше, чем первой; третью – с концентрацией толуола на 10 % больше, чем первой.

6.1.4 Растворяют образцы, поместив колбы в ультразвуковую баню на 2 мин.

6.1.5 Присоединяют к колбе воздушный конденсатор и погружают ее не менее чем наполовину в кипящую водяную баню. Выдерживают в бане 5 мин, периодически перемешивая.

6.1.6 Охлаждают колбу в водяной бане комнатной температуры не менее 5 мин.

6.1.7 Пока колба охлаждается, помещают на кольцо, укрепленное в штативе, фильтр диаметром 47 мм гладкой стороной вверх таким образом, чтобы кольца касались только края фильтра.

6.1.8 С помощью медицинской пипетки наносят на фильтр три капли охлажденного образца таким образом, чтобы образовавшиеся пятна не соприкасались между собой. Не допускается касание фильтра пипеткой.

6.1.9 Для каждого раствора образца выполняют процедуры по 6.1.4–6.1.8.

6.1.10 Тщательно изучают пятна, полученные для каждого раствора, и рисунки в их центрах (см. рисунок 1).

Устанавливают, какой из трех растворов показывает едва различимое окрашенное кольцо (например, рисунок 1, фильтр C или D). Объем толуола, использованный для приготовления этого раствора, оценивают как предварительный толуольный эквивалент. Более точный толуольный эквивалент определяют по 6.1.11–6.1.16.

6.1.11 В несколько колб вместимостью 25 $см^3$ каждая помещают по (2,00 ± 0,05) г образца остаточного топлива.

6.1.12 В каждую из колб с образцом добавляют по 10 $см^3$ смеси толуола с нормальным эталонным гептаном.

Добавляемые смеси по объемным долям толуола должны отличаться на 2 % и 4 % в бóльшую и в меньшую сторону от смеси, использованной для определения предварительного значения толуольного эквивалента.

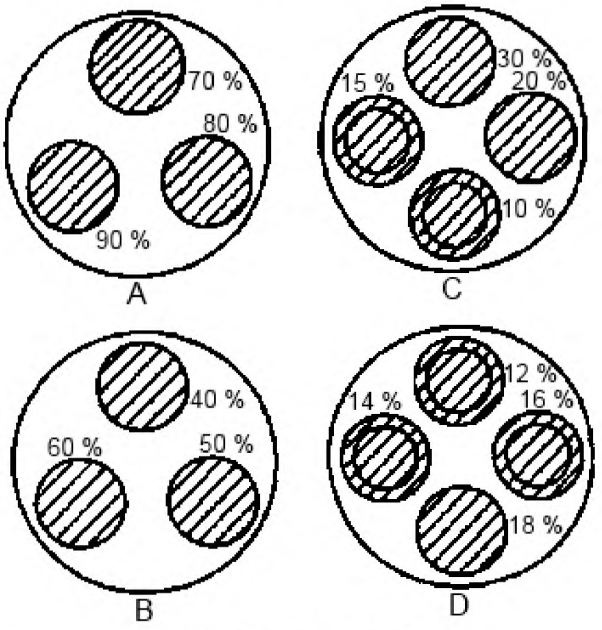
Примечание – Например, если предварительную оценку толуольного эквивалента проводили на смеси с объемной долей толуола 20 % в нормальном эталонном гептане, то готовят растворы со следующими объемными долями толуола в нормальном эталонном гептане:

- 16 % – 1,6 $см^3$ толуола и 8,4 $см^3$ нормального эталонного гептана;
- 18 % – 1,8 $см^3$ толуола и 8,2 $см^3$ нормального эталонного гептана;
- 22 % – 2,2 $см^3$ толуола и 7,8 $см^3$ нормального эталонного гептана;
- 24 % – 2,4 $см^3$ толуола и 7,6 $см^3$ нормального эталонного гептана.

6.1.13 Для этой серии образцов выполняют процедуры по 6.1.4–6.1.8.

6.1.14 Для этой серии растворов внимательно изучают пятна и рисунки в их центрах и определяют, какой раствор в этой серии существенно не отличается по пятну и окраске центра пятна от растворов с более высокой концентрацией толуола.

6.1.15 Вычисляют толуольный эквивалент как среднюю объемную долю толуола двух растворов, первый из которых дает на фильтре пятно с кольцевым рисунком, практически не отличающимся от кольцевого рисунка пятна раствора с более высокой концентрацией, и второго – с более низкой концентрацией толуола, где наблюдается отсутствие кольца. На рисунке 1 точка толуольного эквивалента расположена между концентрациями 16 % и 18 % толуола для фильтра D.



A, B, C, D – фильтры

Рисунок 1 – Схема оценки толуольного эквивалента

6.1.16 Если темные кольца в центре пятна сохраняются вплоть до объемной доли толуола 100 %, это свидетельствует о присутствии нерастворимых компонентов. Результат записывают как «Не проходит».

6.2 Испытание топлив, содержащих нерастворимые в толуоле компоненты (толуольный эквивалент выше 23)

6.2.1 Помещают в колбу вместимостью 100–125 см^3 по (20,00±0,05) г толуола и образца остаточного топлива, взвешенных с погрешностью ±0,05 г.

Присоединяют к колбе воздушный конденсатор и погружают ее наполовину в баню с кипящей водой, выдерживают 5 мин, периодически перемешивая содержимое колбы. Затем на 2 мин переносят колбу в ультразвуковую баню, после чего вновь помещают в баню с кипящей водой на 10 мин.

6.2.2 Отсоединяют конденсатор. Горячий раствор испытуемого остаточного топлива фильтруют через предварительно взвешенный один фильтр MILLIPORE, установленный в одном из блоков аппарата для фильтрования по ГОСТ 33360.

Фильтрование происходит под действием силы тяжести. Последнюю порцию раствора фильтруют с помощью вакуума.

Удаляют колбу с фильтратом и присоединяют к аппарату для фильтрования другую колбу.

Полученный фильтрат хранят в закрытом сосуде и используют в тот же день для приготовления растворов для испытания (см. 6.2.3).

Промывают колбу из-под исходного раствора толуолом и сливают его на фильтр, затем промывают фильтр с осадком нормальным гептаном, а затем нафтой или нормальным гексаном.

Высушивают фильтр вакуумом при комнатной температуре. Отключают вакуум, снимают фильтр и взвешивают.

Вычисляют массу осадка в процентах от количества образца остаточного топлива.

Примечание – При испытании вакуумных остатков приготовление толуольного раствора и фильтрация его требуют некоторого уточнения и дополнения:

а) помещают в колбу вместимостью 100–125 см^3 (20,00±0,02) г вакуумного остатка. Затем колбу вращают для равномерного распределения образца по дну колбы. Добавляют (20,00±0,02) г толуола и присоединяют к колбе воздушный конденсатор;

б) помещают колбу на горячую плитку и кипятят раствор в течение 5 мин. Затем переносят колбу на 2 мин в ультразвуковую баню, нагретую до 60 °С, затем возвращают колбу на горячую плитку и кипятят раствор 5 мин;

г) проверяют дно колбы на наличие нерастворенного осадка, при этом колбу наклоняют таким образом, чтобы дно ее наполовину освободилось от раствора, и осматривают его поверхность. Если визуально на дне обнаружен осадок, повторяют процедуру по перечислению б);

д) для фильтрования используют обогреваемый стеклянный фильтр диаметром 47 мм, используемый в аппарате для фильтрования, по ГОСТ 33360. Поддерживают температуру фильтрования 100 °С. Фильтруют горячий раствор вакуумного остатка по 6.2.2 со скоростью 3 см^3/мин. Затем проводят процедуры по 6.2.3–6.2.12.

6.2.3 В три колбы вместимостью 25 см^3 каждая помещают по (4,00±0,05) г фильтрата (6.2.2).

Если толуольный эквивалент неизвестен, добавляют в колбы нормальный эталонный гептан, количество которого соответствует растворам с объемными долями по толуолу 40 %, 50 % и 60 % (см. таблицу 1).

Если известно приблизительное (или предполагаемое) значение толуольного эквивалента, готовят три раствора, добавляя нормальный эталонный гептан таким образом, чтобы один раствор имел концентрацию толуола в нормальном эталонном гептане, равную известному (предполагаемому) толуольному эквиваленту; второй – концентрацию толуола на 10 % меньшую, чем первый; третий – концентрацию толуола на 10 % большую, чем первый.

Таблица 1 – Объемы нормального эталонного гептана и толуола, добавляемые к 4,00 г раствора с массовой долей остаточного топлива в толуоле 50 %

Толуольный эквивалент, %	Объем гептана, см^3	Объем толуола, см^3	Толуольный эквивалент,%	Объем гептана, см^3	Объем толуола, см^3
23	7,69	0,00	62	3,80	3,89
24	7,60	0,09	64	3,60	4,09
26	7,40	0,29	66	3,40	4,29
28	7,20	0,49	68	3,20	4,49
30	7,00	0,69	70	3,00	4,69
32	6,80	0,89	72	2,80	4,89
34	6,60	1,09	74	2,60	5,09
36	6,40	1,29	76	2,40	5,29
38	6,20	1,49	78	2,20	5,49
40	6,00	1,69	80	2,00	5,69
42	5,80	1,89	82	1,80	5,89
44	5,60	2,09	84	1,60	6,09
46	5,40	2,29	86	1,40	6,29
48	5,20	2,49	88	1,20	6,49

Окончание таблицы 1

Толуольный эквивалент, %	Объем гептана, $см^3$	Объем толуола, $см^3$	Толуольный эквивалент,%	Объем гептана, $см^3$	Объем толуола, $см^3$
50	5,00	2,69	90	1,00	6,69
52	4,80	2,89	92	0,80	6,89
54	4,60	3,09	94	0,60	7,09
56	4,40	3,29	96	0,40	7,29
58	4,20	3,49	98	0,20	7,49
60	4,00	3,69	100	0,00	7,69

6.2.4 Присоединяют воздушный конденсатор к каждой колбе. Перемешивают содержимое колб и выдерживают 15 мин при температуре окружающей среды.

Отсоединяют конденсаторы и приливают в колбы толуол в соответствии с таблицей 1, учитывая, что 4 г испытуемого раствора содержат 2 г толуола, что равно 2,31 $см^3$.

6.2.5 Вновь подсоединяют к каждой колбе воздушный конденсатор. Погружают колбы наполовину в баню с кипящей водой. Выдерживают колбы в бане в течение 5 мин, периодически перемешивая их содержимое. Затем охлаждают колбы в водяной бане комнатной температуры в течение 5 мин.

6.2.6 Помещают на кольцевой держатель фильтр Millipore диаметром 47 мм гладкой стороной вверх, таким образом, чтобы кольца касались только края фильтра.

6.2.7 Медицинской пипеткой, не касаясь фильтра, наносят на него три несоприкасающихся пятна одного из растворов, используя для каждого пятна только одну каплю раствора (см. рисунок 1).

6.2.8 Выполняют процедуры по 6.2.6–6.2.7 для каждого раствора остаточного топлива (6.2.3).

6.2.9 Тщательно изучают пятна каждого раствора и рисунки в их центрах. Определяют, какой из трех растворов дает едва различимое окрашенное кольцо (см. рисунок 1, фильтры C и D). Объем толуола, использованный для приготовления этого раствора, считают предварительным значением толуольного эквивалента. Более точное значение определяют по 6.2.10–6.2.12.

6.2.10 В несколько колб вместимостью 25 $см^3$ каждая помещают по (4,00±0,05) г фильтрата (6.2.2).

Добавляют в колбы в соответствии с таблицей 1 нормальный эталонный гептан таким образом, чтобы полученные растворы отличались по объемной доле толуола от предварительно определенной (6.2.9) интервалом, равным 2 % и 4 % толуола в меньшую и бóльшую сторону. Затем выполняют процедуры по 6.2.4–6.2.7.

Примечание – Например, если предварительный толуольный эквивалент составил 20 % толуола в нормальном гептане, следует приготовить растворы с объемными долями 16 %, 18 %, 22 % и 24 % толуола в нормальном эталонном гептане.

6.2.11 Тщательно осматривают пятна и кольцевые рисунки в их центрах этой серии растворов и определяют, какой раствор в этой серии существенно не отличается по пятну и окраске центра пятна от растворов с более высокой концентрацией толуола.

6.2.12 Толуольный эквивалент определяют по 6.1.15 и 6.1.16.

6.3 Испытание остаточных топлив, содержащих нерастворимые в толуоле компоненты (с толуольным эквивалентом ниже 23)

6.3.1 В колбе вместимостью 100–125 $см^3$ взвешивают (28,00±0,02) г образца и (12,00±0,02) г толуола. Присоединяют воздушный конденсатор и погружают колбу наполовину в баню с кипящей водой на 5 мин, периодически перемешивая. Помещают колбу в ультразвуковую баню на 2 мин и возвращают в баню с кипящей водой на 10 мин.

6.3.2 Фильтруют горячий раствор на аппарате для фильтрования в соответствии с 6.2.2.

6.3.3 В колбы вместимостью 25 $см^3$ каждая помещают по (2,86±0,02) г фильтрата, полученного по 6.3.2.

Готовят растворы концентрацией по 6.2.3. Количество нормального эталонного гептана, а затем толуола, приливают в соответствии с таблицей 2.

Затем проводят испытание по 6.2.4–6.2.12.

Т а б л и ц а 2 – Объемы нормального эталонного гептана и толуола, добавляемые к 2,86 г раствора с массовой долей остаточного топлива в толуоле 70 %

Толуольный эквивалент, %	Объем нормального эталонного гептана, см^3	Объем толуола, см^3	Толуольный эквивалент, %	Объем нормального эталонного гептана, см^3	Объем толуола, см^3
10	9,00	0,01	56	4,40	4,61
12	8,80	0,21	58	4,20	4,81
14	8,60	0,41	60	4,00	5,01
16	8,40	0,61	62	3,80	5,21
18	8,20	0,61	64	3,60	5,41
20	8,00	1,01	66	3,40	5,61
22	7,80	1,21	68	3,20	5,81
24	7,60	1,41	70	3,00	6,01
26	7,40	1,61	72	2,80	6,21
28	7,20	1,81	74	2,60	6,41
30	7,00	2,01	76	2,40	6,61
32	6,80	2,21	78	2,20	6,81
34	6,60	2,41	80	2,00	7,01
36	6,40	2,61	82	1,80	7,21
38	6,20	2,81	84	1,60	7,41
40	6,00	3,01	86	1,40	7,61
42	5,80	3,21	88	1,20	7,81
44	5,60	3,41	90	1,00	8,01
46	5,40	3,61	92	0,80	•8,21
48	5,20	3,81	94	0,60	8,41
50	5,00	4,01	96	0,40	8,61
52	4,80	4,21	98	0,20	8,81
54	4,60	4,41	100	0,00	9,01

7 Обработка результатов

7.1 Результаты испытания записывают с точностью до 1 % об.

7.2 Толуольный эквивалент не более 30 является одним из критериев прямогонности остаточных топлив.

УДК 665.75:543.616:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: остаточные топлива, определение прямогонности, толуольный эквивалент

Редактор *А.А. Бражников*
Корректор М.С. *Кабашова*
Компьютерная верстка *А.В. Балвановича*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 41 экз. Зак. 3697.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru