ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВА ОСТАТОЧНЫЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРЯМОГОННОСТИ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОЛУОЛЬНОГО ЭКВИВАЛЕНТА

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом по переработке нефти (ВНИИ НП)

ВНЕСЕН Департаментом по нефтепереработке Минтопэнерго Российской Федерации

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16.11.1995 г. № 575

3 Настоящий стандарт разработан на основе ЕХХО №№ 79—004 «Точка толуольного эквивалента в остаточных образцах»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Определение 2
5 Аппаратура, реактивы и материалы 2
6 Проведение испытания 3
6 1 Испытание остаточных топлив, не содержащих нерастворимых в толуоле компонентов 3
6 2 Испытание остаточных топлив, содержащих нерастворимые в толуоле компоненты (толуольный эквивалент выше 23) 5
6 3 Испытание остаточных топлив, содержащих нерастворимые в толуоле компоненты с толуольным эквивалентом ниже 23 8
7 Обработка результатов 9

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТОПЛИВА ОСТАТОЧНЫЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРЯМОГОННОСТИ

Метод определения толуольного эквивалента

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

Дата введения 1996—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на остаточные топлива, содержащие растворимые и нерастворимые в толуоле компоненты, и устанавливает метод определения толуольного эквивалента в интервале 0 до 100.

Возможно использование метода для исследования вакуумных остатков.

2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 5789—78 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 Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ Р 50837.6—95 Топлива остаточные. Определение прямогонности. Метод определения общего осадка

Издание официальное
★

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, не растворимые 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 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Толуольный эквивалент — средняя объемная доля толуола в двух растворах, 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

Баня ультразвуковая с регулируемой температурой, обеспечивающая нагрев до 80 °С

Баня водяная.

Штатив с кольцом диаметром 45 мм

Пипетка медицинская.

Держатель фильтров.

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

Аппарат для фильтрования по ГОСТ Р 50837.6

Фильтр пористый стеклянный диаметром 47 мм

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

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

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

Колбы типа Кн вместимостью 25 и 100 см^3 или 125 см^3 с взаимозаменяемым конусом по ГОСТ 25336.

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

Толуол х. ч. по ГОСТ 5789.

Н-гептан х. ч. по ГОСТ 25826.

Нафта.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1 Испытание остаточных топлив, не содержащих нерастворимых в толуоле компонентов

6.1.1 Бюретки вместимостью 10 см^3 заполняют одну толуолом, другую — нормальным гептаном.

6.1.2 В три колбы вместимостью 25 см^3 помещают по (2±0,05) г испытуемого топлива.

Если толуольный эквивалент неизвестен, готовят растворы. В колбы добавляют по 10 см^3 40-, 50- и 60-процентные смеси толуола в *н*-гептане, для чего в первую колбу приливают 4 см^3 толуола и 6 см^3 *н*-гептана; во вторую — 5 см^3 толуола и 5 см^3 *н*-гептана, в третью — 6 см^3 толуола и 4 см^3 *н*-гептана из бюреток.

6.1.3 Если толуольный эквивалент известен приблизительно (или предполагается), готовят три раствора толуола в *н*-гептане: первый — с концентрацией толуола в *н*-гептане, равной известному (предполагаемому) толуольному эквиваленту, второй — с концентрацией толуола на 10 % меньшей, чем первый; третий — с концентрацией толуола на 10 % большей, чем первый.

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 в течение 5 мин, периодически помешивая.

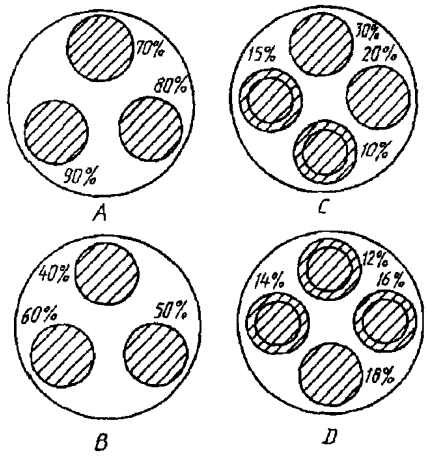
6.1.6 Охлаждают колбу на водяной бане при комнатной температуре не менее 5 мин.

6.1.7 Пока колба охлаждается, фильтр диаметром 47 мм помещают на кольцо, укрепленное в штативе, гладкой стороной вверх. Только края фильтра могут касаться кольца.

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

6.1.9 Для каждого раствора образца выполняют требования 6.1.4—6.1.8

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



A, B, C, D — фильтры

Рисунок 1 — Схема оценки толуольного эквивалента

Устанавливают, какой их трех растворов показывают 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 помещают по (2±0,05) г образца.

6.1.12 В каждую из колб с образцом добавляют по 10 см^3 смеси толуола в *н*-гептане.

Добавляемые смеси по объемной доле должны отличаться от смеси, использованной для определения предварительного значения то-

луольного эквивалента на 2 и 4 % относительно концентрации толуола в большую и меньшую сторону.

Примечание — Например, если предварительная оценка толуольного эквивалента произведена на смеси с объемной долей толуола 20 % в *н*-гептане, то готовят растворы со следующими объемными долями толуола в *н*-гептане:

16 % — 1,6 см³ толуола и 8,4 см³ *н*-гептана;
18 % — 1,8 см³ » и 8,2 см³ »
22 % — 2,2 см³ » и 7,8 см³ »
24 % — 2,4 см³ » и 7,6 см³ »

6.1.13 Для этой серии образцов выполняют все операции по 6.1.4—6.1.8

6.1.14 Внимательно изучают пятна и 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.

6.1.15 Толуольный эквивалент — средняя объемная доля толуола в двух растворах, 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 лежит между концентрациями 16 и 18 % толуола для фильтра D.

6.1.16 Если темные кольца в центре пятна сохраняются вплоть до объемной доли толуола 100 %, то 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 В колбу вместимостью 100—125 см³ помещают по (20±0,05) г толуола и испытуемого 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. 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 топлива фильтруют через предварительно взвешенный один фильтр

MILLIPORE, установленный в аппарате для фильтрования (ГОСТ Р 50837.6) в одном из его блоков.

Фильтрация протекает под действием силы тяжести. Последнюю порцию раствора фильтруют с помощью вакуума.

Колбу с фильтратом удаляют, взамен ее к аппарату для фильтрования присоединяют другую.

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

Ополаскивают 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 его.

Рассчитывают массу осадка в процентах от количества образца топлива.

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

1 В колбу вместимостью 100—125 см^3 помещают (20±0,02) г вакуумного остатка. Затем колбу вращают, чтобы равномерно распределить испытуемый продукт по дну колбы. Добавляют (20±0,02) г толуола и присоединяют к колбе воздушный конденсатор.

2 Колбу ставят на горячую плитку и кипятят раствор в течение 5 мин. Затем колбу переносят на 2 мин в ультразвуковую баню, нагретую до 60 °С, после чего возвращают колбу на горячую плитку и кипятят раствор в течение 5 мин.

3 Проверяют дно колбы на присутствие нерастворенного осадка, при этом колбу наклоняют так, чтобы дно ее наполовину освободилось от раствора, и осматривают его поверхность. Если визуально на дне обнаружен осадок, повторяют операцию по примечанию 2.

4 Для фильтрования используют обогреваемый стеклянный фильтр диаметром 47 мм, используемый в аппарате для фильтрования, по ГОСТ Р .6. Температуру фильтрования поддерживают на уровне 100 °С. Фильтруют горячий раствор вакуумного остатка со скоростью 3 см^3/мин в соответствии с 6.2.2. Затем проводят операции в соответствии с 6.2.3—6.2.12.

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

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

Если приблизительное значение толуольного эквивалента известно (или предполагается), готовят три раствора, добавляя нормальный гептан так, чтобы один раствор имел концентрацию толуола в нормальном гептане, равную известному (предполагаемому) толу-

ольному эквиваленту; второй — концентрацию толуола на 10 % меньшую, чем первый; третий — концентрацию толуола на 10 % большую, чем первый.

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

Отсоединяют конденсаторы и в колбы, в соответствии с таблицей 1, приливают толуол, имея в виду, 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 Фильтр Millipore диаметром 47 мм помещают гладкой стороной вверх на кольцевой держатель. Только края фильтра могут касаться кольца.

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 (рисунок 1).

6.2.8 Выполняют требования 6.2.6—6.2.7 для каждого раствора остаточного топлива (6.2.3).

6.2.9 Тщательно изучают пятна, полученные для каждого раствора, и рисунки в их центрах. Определяют, какой из трех растворов дает едва различимое окрашенное кольцо (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 помещают по (4±0,05) г фильтрата (6.2.2).

В колбы в соответствии с таблицей 1, приливают нормальный гептан таким образом, чтобы полученные растворы отличались по объемной доле толуола от предварительно определенной (6.2.9) интервалом в 2 и 4 % толуола в меньшую и большую сторону.

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

Затем выполняют операции по 6.2.4—6.2.7

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.

Таблица 1 — **Объемы нормального 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	Толуольный эквивалент, %	Объем гептана $см^3$	Объем толуола см
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
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

6.2.12 Толуольный эквивалент определяют так же, как в 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 колбу вместимостью 100—125 $см^3$ взвешивают (28±0,02) г образца и (12±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 Фильтрацию горячего раствора проводят на аппарате для фильтрования в соответствии с 6.2.2.

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

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

Затем проводят испытание в соответствии с 6.2.4—6.2.12.

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты испытания записывают с точностью до 1 % (по объему).

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

Таблица 2 — **Объем нормального гептана и толуола, добавляемые к 2,86 г раствора с массовой долей остаточного топлива в толуоле 70 %**

Толуольный эквивалент, %	Объем гептана см^3	Объем толуола, см^3	Толуольный эквивалент, %	Объем 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

УДК 662.75:543.06:006.354 ОКС 75.160.20 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: топливо остаточное, прямогонность, толуольный эквивалент, стандартные смеси, раствор толуола в *н*-гептане, кольцевой рисунок, пятно

gost.e-ecolog.ru