Издание официальное

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Топливо дизельное **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОКСУЕМОСТИ 10%-ного ОСТАТКА**	**ГОСТ 5061—49** Группа Б19

Настоящий стандарт распространяется на метод определения коксуемости 10%-ного остатка после перегонки дизельного топлива.

Метод заключается:

а) в перегонке не менее двух раз по 100 *мл* испытуемого дизельного топлива и отборе 10%-ного остатка после каждой перегонки;

б) в определении коксуемости 10%-ного остатка, отобранного после перегонки испытуемого дизельного топлива.

I. ПЕРЕГОНКА ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА ДЛЯ ОТБОРА 10%-ного ОСТАТКА

А. Аппаратура

1. При проведении перегонки дизельного топлива применяется следующая аппаратура:

а) аппаратура, установленная п. 1, ГОСТ 2177—66; асбестовая прокладка берется с вырезом диаметром 50—60 *мм*;

б) коническая плоскодонная колба по ГОСТ 10394—63 номинальной вместимостью 100 *мл*.

Б. Подготовка к испытанию

2. Испытуемое дизельное топливо перед перегонкой профильтровывают.

Примечание. В случае содержания в топливе воды более 0,05% его перед фильтрованием обезвоживают свежепрокаленной и охлажденной поваренной солью, сульфатом или хлористым кальцием.

3. Перед перегонкой протирают внутреннюю поверхность трубки холодильника мягкой тканью, прикрепленной к медной или алюминиевой проволоке, для удаления следов жидкости от предыдущей перегонки.

Внесен Министерством нефтяной промышленности	Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 13/IX 1949 г.	Срок введения 1/I 1950 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

4. При перегонке дизельного топлива в ванне холодильника поддерживают температуру 15—20° С.

5. Колбу для перегонки промывают легким бензином и просушивают досуха воздухом. По мере накопления в колбе коксового остатка его отмывают хромовой смесью или щелочью.

6. Сухим и чистым цилиндром на 100 *мл* отмеривают 100 *мл* испытуемого дизельного топлива и переливают его в сухую и чистую колбу для перегонки так, чтобы жидкость не попала в отводную трубку колбы.

Объем заливаемого продукта отсчитывают по нижнему краю мениска.

Дизельное топливо при наливе должно иметь температуру 20 ± 3° С.

7. После налива топлива шейку колбы закрывают плотно пригнанной корковой пробкой и ставят колбу на асбестовую прокладку с вырезом.

Отводную трубку колбы соединяют с верхним концом трубки холодильника при помощи плотно пригнанной корковой пробки так, чтобы отводная трубка входила в трубку холодильника на 25—50 *мм* и не касалась стенок последней.

Соединения на пробках заливают коллодиумом, после чего ставят верхнюю часть кожуха на асбестовую прокладку, закрывая колбу.

8. Измерительный цилиндр, которым отмерялось дизельное топливо, не высушивая, ставят под нижний конец трубки холодильника так, чтобы трубка холодильника входила в цилиндр не менее чем на 25 *мм*, но не ниже метки 90 *мл* и не касалась стенок цилиндра.

На время перегонки отверстие цилиндра закрывают ватой.

В. Получение 10%-ного остатка для определения коксуемости

9. После сборки прибора для перегонки начинают равномерно нагревать колбу так, чтобы первая капля дистиллята упала в цилиндр не ранее чем через 10 и не позже чем через 15 *мин* после начала нагревания.

После падения первой капли приемный цилиндр подвигают к концу трубки холодильника так, чтобы трубка касалась стенки цилиндра и дистиллят стекал по ней.

Далее перегонку ведут с равномерной скоростью 4—5 *мл* в *мин* (примерно 20—25 капель в 10 *сек*).

После того как уровень жидкости в цилиндре достигнет 89 *мл*, нагрев колбы прекращают и дают стечь еще 1 *мл* дистиллята до уровня его в цилиндре — 90 *мл*, что соответствует 90% отгона.

10. Дистиллят, отгоняющийся свыше 90 *мл*, собирают в коническую плоскодонную колбу, туда же сливают без потерь теплый остаток из перегонной колбы.

Содержимое колбы представляет собой 10%-ный остаток после перегонки дизельного топлива.

11. Перегонку по 100 *мл* испытуемого дизельного топлива производят не менее двух раз, собирая все остатки в одну коническую плоскодонную колбу.

Собранный в колбе 10%-ный остаток тщательно перемешивают и оставляют для определения коксуемости.

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОКСУЕМОСТИ 10%-ного ОСТАТКА

А. Аппаратура и материалы

12. При определении коксуемости 10%-ного остатка дизельного топлива применяется следующая аппаратура и материалы:

а) аппарат для определения кокса в нефтепродуктах по ГОСТ 1366—57;

б) горелка газовая или бензиновая с сильным пламенем или электрический нагреватель с реостатом;

в) секундомер или часы;

г) чистый прокаленный песок.

Примечание. Конструкция электрического нагревателя должна обеспечивать устойчивое положение на нем муфеля с системой тиглей.

Б. Подготовка к определению коксуемости

13. Чистый фарфоровый тигель прокаливают на горелке или в тигельной печи и, охладив в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,0004 *г*. Убедившись, что после вторичного прокаливания вес тигля изменяется не более чем на 0,0004 *г*, взвешивают в нем 8 ± ± 0,5 *г* 10%-ного остатка испытуемого дизельного топлива с точностью до 0,0004 *г*.

14. Фарфоровый тигель с навеской ставят во внутренний железный тигель, который вставляют затем в наружный железный тигель, на дне которого насыпан песок. Оба железных тигля закрывают крышками. Песка на дне наружного тигля должно быть столько, чтобы крышка внутреннего тигля, прилегала плотно (изнутри) к крышке наружного тигля; песка должно быть не менее 18 и не более 24 $см^3$. Песок должен быть хорошо прокаленным.

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

На треножник кладут треугольник и на нем устанавливают железный муфель.

15. Всю систему тиглей ставят внутрь муфеля так, чтобы дно наружного тигля опиралось на верхнюю часть треугольника, и закрывают колпаком, служащим для равномерного распределения тепла. Необходимо следить, чтобы тигель не провисал в муфеле и не закрывал зазора между муфелем и стенкой тигля. Весь аппарат ставят в вытяжной шкаф, в котором, однако, не должно быть слишком сильной тяги воздуха.

В. Проведение определения коксуемости

16. Под дно наружного тигля подставляют горящую сильную горелку или электрический нагреватель и замечают время. Пламя горелки должно быть высоким (некоптящим) и такой силы, чтобы начальный период (до воспламенения) продолжался 15 ± 2 *мин*. Более короткий промежуток времени приводит к вспениванию продукта или же к образованию слишком высокого пламени под колпаком.

При появлении над трубой колпака дыма, для того чтобы вызвать воспламенение паров, тотчас же передвигают горелку так, чтобы пламя сосредоточилось на одной стороне тигля.

Примечание. Вместо передвижения горелки можно зажечь пары над трубой колпака.

17. Когда пары загорелись, нагрев сильно уменьшают (в случае необходимости горелку отставляют в сторону на короткое время) и регулируют затем горение паров, стараясь поддерживать равномерное пламя над трубой, не превышающее проволочного мостика (50 *мм*).

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

Период этот должен длиться 13 ± 1 *мин*.

18. По окончании периода горения, т. е. когда уже не виден синий дым, увеличивают сильно нагрев (при этом внутренний восстановительный конус пламени горелки не должен касаться дна тигля) и накаливают дно и нижнюю часть тигля докрасна; прокаливание тигля ведут точно в течение 7 *мин*, весь опыт проводится в течение 35 ± 3 *мин*. По истечении 7 *мин* прокаливания (последнего периода определения) нагрев прекращают и через 3 *мин* снимают колпак и крышку наружного тигля, а по истечении 15 *мин* переносят фарфоровый тигель щипцами в эксикатор и по охлаждении взвешивают с точностью до 0,0004 *г*.

При оценке результатов обращают внимание на свойства кокса: он должен быть блестящим, чешуйчатым, но не рыхлым и должен легко отделяться от стенок тигля. Если кокс рыхлый и отделяется от стенок тигля с трудом, то определение повторяют, и лишь если при повторном определении кокс тоже получается рыхлый, определение считается годным.

Г. Порядок расчета

19. Коксуемость 10%-ного остатка дизельного топлива в % (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G_1 \cdot 100}{G_2},$$

где:

G_1 — полученный вес кокса в *г*;

G_2 — навеска 10%-ного остатка в *г*.

Д. Допускаемые расхождения для параллельных определений

20. Коксуемость 10%-ного остатка испытуемого дизельного топлива вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

21. Между двумя параллельными определениями коксуемости допускается расхождение не более 20% от величины меньшего из двух полученных результатов.

Замена

ГОСТ 2177—66 введен взамен ГОСТ 2177—48.

ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 3184—46 в части посуды из стекла марок 23 и 846.

ГОСТ 1366—57 введен взамен ГОСТ 1366—42.
