Издание официальное

СССР — Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 5987—51 Взамен ОСТ 7872—39, М. И. 24м Группа Б09

Нефтепродукты
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОКСУЕМОСТИ

Настоящий стандарт распространяется на метод определения коксуемости масел, тяжелых топлив и других нефтепродуктов.

Метод заключается в испарении испытуемого нефтепродукта в установленных настоящим стандартом условиях нагрева и количественном определении углистого остатка — кокса.

Применение метода предусматривается в стандартах и ведомственных технических условиях на каждый вид нефтепродукта.

I. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения коксуемости нефтепродуктов необходимы следующая аппаратура и материалы:

а) аппарат для определения коксуемости нефтепродуктов по ГОСТ 1366—57;

б) тигли фарфоровые низкой формы № 4 по ГОСТ 9147—59 (емкость ≈ 30 *мл*, верхний диаметр 43^{+2} *мм*, нижний диаметр $22^{+1,5}$ *мм*, высота 33^{+2} *мм*);

в) эксикатор по ГОСТ 6371—64;

г) горелка газовая или бензиновая с сильным пламенем;

д) печь муфельная;

е) щипцы тигельные или пинцет никелированный;

ж) секундомер или часы;

з) треугольник из хромоникелевой проволоки или из фарфоровых трубок на стальном каркасе; отверстие треугольника должно быть меньше площадки дна наружного тигля аппарата;

и) асбест листовой толщиной 3—5 *мм*.

II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Чистый фарфоровый тигель прокаливают на горелке или муфельной печи при температуре красного каления в течение 40 *мин* и переносят в эксикатор.

Внесен Министерством нефтяной промышленности	Утвержден Управлением по стандартизации 15/IX 1951 г.	Срок введения 1/I 1952 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

После охлаждения в течение 40 *мин* тигель взвешивают с точностью до 0,0002 *г*.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения расхождения между последовательными взвешиваниями не более 0,0004 *г*.

3. Пробу испытуемого нефтепродукта хорошо перемешивают в склянке, заполненной не более чем на $^3/_4$ емкости, встряхиванием в течение 5 *мин*.

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

Испытуемый нефтепродукт, содержащий более 0,5% воды, должен быть перед испытанием обезвожен фильтрованием через прокаленную поваренную соль.

III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Берут из перемешанной пробы в предварительно взвешенный фарфоровый тигель навеску испытуемого нефтепродукта $10 \pm 0{,}5$ *г* с точностью до 0,01 *г*.

5. Фарфоровый тигель с навеской ставят во внутренний стальной тигель, который вставляют затем 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 плотно (изнутри) к крышке наружного тигля; песка должно быть не менее 18 и не более 24 $см^3$.

Песок должен быть хорошо прокален, крышка наружного тигля должна закрываться свободно для того, чтобы был обеспечен достаточно легкий выход паров, образующихся при нагревании нефтепродукта.

На треножник кладут треугольник и на нем устанавливают стальной муфель.

6. Всю систему тиглей ставят внутрь муфеля так, чтобы дно наружного тигля опиралось на верхнюю часть треугольника, и закрывают колпаком, служащим для равномерного распределения тепла.

Равномерное горение паров нефтепродукта обеспечивается путем прокладывания кусочка асбеста (площадью $\approx 1\ см^2$) под край колпака.

Необходимо следить, чтобы тигель не провисал в муфеле и не закрывал зазора между муфелем и стенкой тигля.

Соблюдение необходимого зазора может быть лучше обеспечено путем прокладывания кусочков асбеста (площадью $\approx 1\ см^2$) в двух местах между наружным тиглем и муфелем.

Весь аппарат ставят в вытяжной шкаф, в котором не должно быть слишком сильной тяги воздуха.

7. Под дно наружного тигля подставляют горящую сильную горелку и замечают время. Пламя горелки должно быть высоким (некоптящим) и такой силы, чтобы нагревание до начала горения паров над колпаком продолжалось 11 ± 3 *мин*.

Более короткий промежуток времени приводит к вспениванию продукта или же образованию слишком высокого пламени над колпаком.

При появлении над верхним цилиндром колпака дыма для того, чтобы вызвать воспламенение паров, тотчас же передвигают горелку так, чтобы пламя сосредоточилось на одной стороне тигля. Вместо передвижения горелки можно зажечь пары над колпаком горящей лучиной.

8. Когда пары загорелись, пламя горелки сильно уменьшают (в случае 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 образования синего дыма над колпаком, период горения считается законченным.

Этот период должен длиться 13 ± 2 *мин* для нефтепродуктов с коксуемостью до 1%, при коксуемости выше 1% горение может продолжаться 17 ± 3 *мин*.

9. По окончании периода горения, т. е. когда уже не виден синий дым, увеличивают сильно пламя горелки (при этом внутренний восстановительный конус пламени горелки не должен касаться дна тигля) и накаливают дно и нижнюю часть тигля до красного каления; прокаливание тигля ведут в течение 7 *мин*.

10 По истечении 7 *мин* прокаливания (последнего периода определения) горелку удаляют и через 3 *мин* снимают колпак и крышку наружного тигля, а затем по истечении 15 *мин* переносят фарфоровый тигель в эксикатор, охлаждают в течение 40 *мин* и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*.

Примечание. При оценке результатов обращают внимание на свойства кокса: для масел без присадок он должен быть блестящим и чешуйчатым, в противном случае определение повторяют, и лишь если при повторном определении получается такой же кокс, определение считают правильным. Для масел с присадками кокс может быть рыхлым и не отстающим от стенок тигля.

IV. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

11. Коксуемость испытуемого нефтепродукта в процентах (X) вычисляют по формуле:

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

где:

G_1 — вес кокса в *г*;

G — навеска испытуемого нефтепродукта в *г*.

V. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

12. Коксуемость испытуемого нефтепродукта вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

13. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 10% от величины меньшего результата.

Примеры проверки точности определения.

Пример 1

Результат *а* — коксуемость	0,54%
» *б* »	0,58%
Расхождение между результатами параллельных определений	0,04%

10% от величины 0,54 или величина допустимого расхождения = $= \frac{0{,}54 \cdot 10}{100} = 0{,}054\%$.

В этом случае два определения имеют удовлетворительную сходимость, так как расхождение между ними меньше допустимой величины 0,54%.

Пример 2

Результат *а* — коксуемость	4,1%
» *б* »	3,5%
Расхождение между результатами параллельных определений	0,6%

10% от величины 3,5 или величина допустимого расхождения = $= \frac{3{,}5 \cdot 10}{100} = 0{,}35\%$.

В этом случае расхождение между двумя определениями больше допустимой величины в 0,35%, и поэтому испытание должно быть повторено.

Замена

ГОСТ 9147—59 введен взамен ГОСТ 628—41.
ГОСТ 1366—57 введен взамен ГОСТ 1366—42.
ГОСТ 6371—64 введен взамен ОСТ НКТП 4299.
