

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения коксуемости
на аппарате типа ЛКН-70ГОСТ
8852—74Petroleum products.
Method of test for coking by apparatus «LKN-70»

МКС 75.080

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты и устанавливает метод определения коксуемости на аппарате типа ЛКН-70.

Сущность метода заключается в сжигании испытуемого нефтепродукта на аппарате типа ЛКН-70 и определении коксуемости по массе коксового остатка.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При определении коксуемости применяют:

аппарат типа ЛКН, состоящий из электропечи, блока управления, тиглей для коксуемости из термостойкого стекла (вместимостью 5—10 см³, диаметром отверстия капилляра 1,5—2,0 мм). В комплект аппарата входят тигельные щипцы специальной конструкции, сигнальные часы, стеклянный шприц для ввода испытуемого нефтепродукта в тигель и заправочное устройство;

печь муфельную;

весы лабораторные с погрешностью измерения не более 0,0002 г;

эксикатор исполнения 1 по ГОСТ 25336;

аппарат для разгонки нефтепродуктов;

термометр по ГОСТ 400 типа ТН-7;

цилиндры 1—100 и 3—100 по ГОСТ 1770;

колба типа КРН по ГОСТ 25336;

колба Кн-1—50 из стекла группы ТС или Кн-2—50 из стекла группы ТХС по ГОСТ 25336;

шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий поддержание температуры с точностью ± 5 °С;

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

соль поваренную пищевую по ГОСТ 13830*.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. (Исключен, Изм. № 2).

2.2. Новые тигли прокаливают 2 ч в муфельной печи при (800 ± 50) °С, охлаждают 1—2 мин на воздухе, затем 1 ч в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Тигли, бывшие в употреблении, прокаливают 1 ч, охлаждают 1—2 мин на воздухе, затем в эксикаторе 1 ч, после чего освобождают от остатка золы встряхиванием, протирают хлопчатобумажной тканью снаружи и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000.

2.3. Пробу испытуемого нефтепродукта перемешивают 5 мин в склянке, заполненной не более чем на 3/4 объема.

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

2.4. При содержании воды в нефтепродукте более 0,5 % пробу нефтепродукта обезвоживают фильтрованием через прокаленную поваренную соль.

2.5. При определении коксуемости дизельных топлив берут 10 %-ный остаток после перегонки, который получают следующим образом. Перегонку испытуемого дизельного топлива проводят по ГОСТ 2177. Для перегонки берут 100 см³ дизельного топлива и отгоняют в измерительный цилиндр 89 см³ дистиллята, после этого нагрев прекращают. 1 см³ дистиллята дают стечь до уровня 90 см³, что составляет 90 % отгона. Теплый 10 %-ный остаток из перегонной колбы сливают в коническую колбу.

Для каждого определения проводят перегонку не менее двух раз по 100 см³ дизельного топлива, собирая остатки в одну и ту же колбу. Собранный в колбе 10 %-ный остаток тщательно перемешивают. Далее проводят испытание по пп. 3.1—3.4.

В результатах определения коксуемости дизельного топлива указывают: «Коксуемость 10 %-ного остатка».

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.6. Перед началом испытания аппарат нагревают до (520 ± 5) °С, о чем сигнализирует лампочка на пульте управления, после чего заданная температура поддерживается автоматически.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В тигли, предварительно доведенные до постоянной массы, помещают пробу испытуемого нефтепродукта с помощью шприца и загрузочного устройства и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г:

масло или 10 %-ный остаток дизельного топлива	$(4,0 \pm 0,1)$ г
мазут	$(1,0 \pm 0,1)$ г
гудрон	$(0,5 \pm 0,1)$ г

При загрузке в тигли вязких нефтепродуктов (мазута, гудрона) загрузочное устройство помещают в сушильный шкаф с температурой (100 ± 5) °С.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Тигли с навесками испытуемых нефтепродуктов специальными щипцами опускают в гнезда аппарата, при этом наблюдается незначительное снижение температуры, которая быстро поднимается до первоначального значения. Включают сигнальные часы.

При нагревании нефтепродукта из капилляров тиглей выделяются пары, которые поджигают. По окончании горения паров отверстия гнезд аппарата закрывают крышками. Остаток испытуемого нефтепродукта прокаливают при (520 ± 5) °С.

Нагревание испытуемого нефтепродукта, горение выделяющихся паров и прокаливание остатка должно длиться 30 мин по сигнальным часам.

3.3. По истечении 30 мин тигли вынимают из гнезд, охлаждают 1—2 мин на воздухе, затем 30 мин — в эксикаторе. После охлаждения в эксикаторе тигли тщательно протирают снаружи сухой тканью и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Поверхность коксового остатка в тиглях должна быть блестящей. В противном случае прокаливание повторяют. Результат повторного испытания является окончательным.

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 (в случае испытания дизельных топлив — масса 10 %-ного остатка), г.

4.2. За результат испытаний принимают среднеарифметическое двух параллельных определений. Результат округляют до 0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3, 4.4. **(Исключены, Изм. № 3).**

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

Два результата определения, полученные последовательно одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице.

Коксуемость, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
До 0,1	0,035	0,12
Св. 0,1 до 0,5	0,040	0,14
» 0,5 » 1,0	0,060	0,18
» 1,0 » 3,0	0,140	0,40
» 3,0	0,230	1,20

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице.

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР.
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.07.74 № 1748
3. ВЗАМЕН ГОСТ 8852—58
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 400—80	1.1
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 2177—99	2.5
ГОСТ 13830—97	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1978 г., январе 1981 г., июне 1987 г. (ИУС 3—78, 3—81, 11—87)