



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34192—
202

(Проект RU,
первая редакция)

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение коксового остатка методом по Конрадсону

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Публичным акционерным обществом «Газпром нефть» (ПАО «Газпром нефть»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» (МТК 031)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от №)

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

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений стандарта ASTM D189–24 «Стандартный метод определения коксового остатка нефтепродуктов по Конрадсону» («Standard test method for Conradson carbon residue of petroleum products», NEQ)

5 ВЗАМЕН ГОСТ 34192–2017

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение коксового остатка методом по Конрадсону

Determination of carbon residue by Conradson

Дата введения — 202 — —

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения коксового остатка, представляющего собой остаток, образующийся после выпаривания и пиролиза нефтепродуктов, которые частично подвергаются разложению в процессе перегонки при атмосферном давлении.

1.2 Значение коксового остатка, полученное по настоящему стандарту, характеризует склонность нефтепродукта к коксообразованию.

Примечания

1 В настоящем стандарте для обозначения углеродистого остатка, образовавшегося после выпаривания и пиролиза нефтепродукта в условиях настоящего метода, используют термин «коксовый остаток». Остаток не полностью состоит из углерода, но является коксом, который дополнительно может быть подвергнут пиролизу.

2 Нефтепродукты, содержащие золообразующие компоненты, будут иметь завышенное значение коксового остатка, зависящее от количества образующейся золы. Так присутствие в дизельном топливе алкилнитратов, например, амилнитрата, гексилнитрата или октилнитрата, приводит к получению завышенного значения коксового остатка по сравнению с топливом без таких присадок и может привести к ошибочным выводам о склонности такого топлива к коксообразованию.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил безопасности и охраны здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2177(ИСО 3405–88) Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

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

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ ISO 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб

ГОСТ ISO 3405 Нефтепродукты. Определение фракционного состава при атмосферном давлении

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

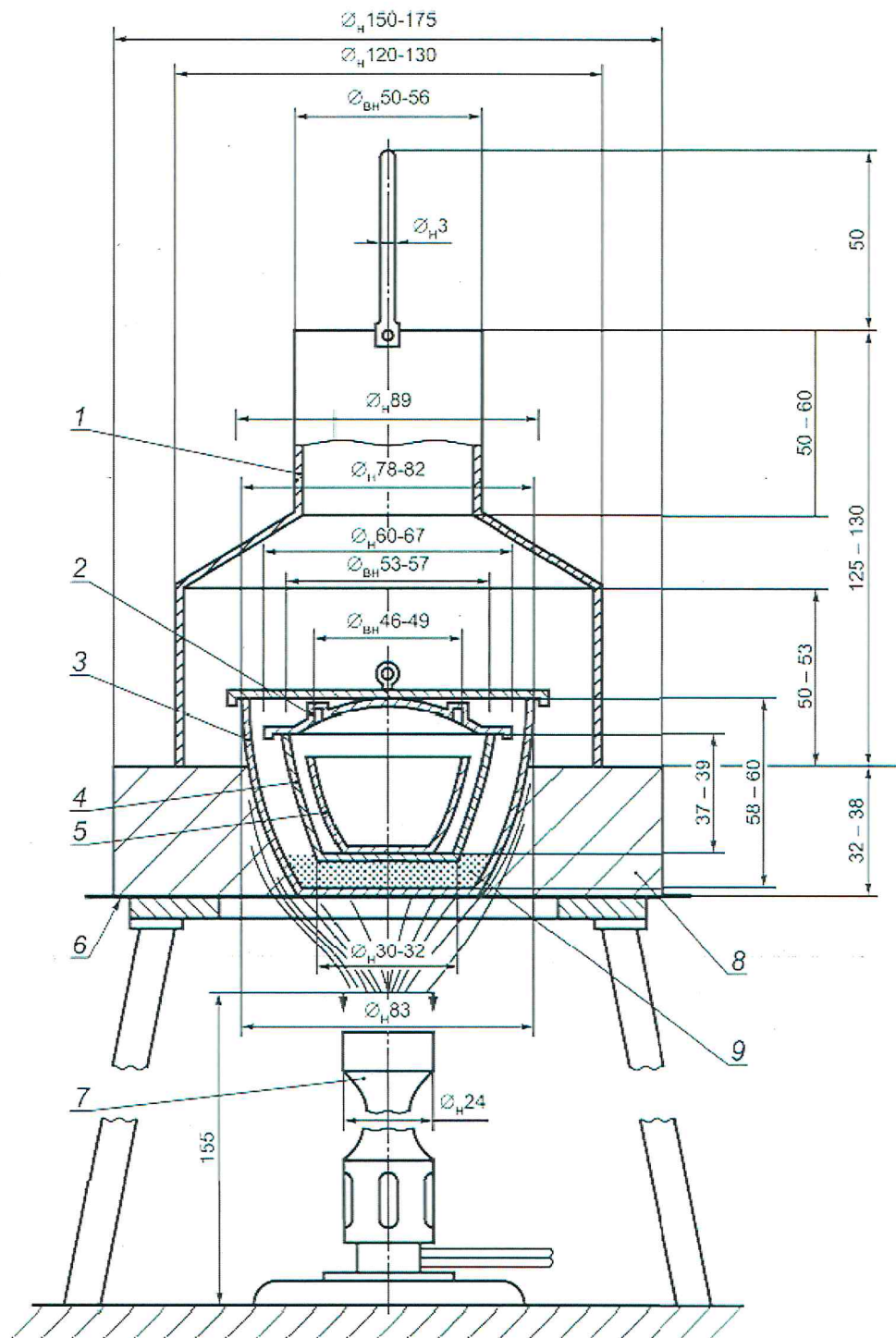
3 Сущность метода

Предварительно взвешенное количество образца помещают в тигель и подвергают деструктивной перегонке. Образовавшийся остаток подвергают крекингу и коксованию в течение установленного времени при интенсивном нагревании. После завершения нагревания тигель с углеродистым остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Вычисляют содержание полученного остатка в процентах от массы исходного образца и записывают как коксовый остаток.

4 Аппаратура и материалы

4.1 Аппарат для определения коксового остатка методом по Конрадсону (см. рисунок 1), включающий в себя следующие элементы.

Примечание – Допускается применять аппараты конструкции, отличной от указанной, обеспечивающие получение достоверных результатов определения.



1 – кожух; 2 – горизонтальное отверстие; 3 – тигель из листовой стали; 4 – стальной тигель Скидмора; 5 – фарфоровый тигель; 6 – проволочная подставка; 7 – горелка; 8 – теплоизолятор; 9 – сухой песок

Рисунок 1 – Аппарат для определения коксового остатка методом по Конрадсону

4.1.1 Фарфоровый тигель

Низкий фарфоровый тигель, полностью покрытый глазурью, или кварцевый тигель вместимостью от 29 до 31 см³ с диаметром ободка от 46 до 49 мм.

4.1.2 Стальной тигель Скидмора

Стальной тигель Скидмора с кольцевым фланцем вместимостью от 65 до 82 см³, внутренним диаметром от 53 до 57 мм, наружным диаметром фланца от 60 до 67 мм, высотой от 37 до 39 мм, оснащенный крышкой без выпускных трубок, имеющей закрытое вертикальное отверстие и горизонтальное отверстие диаметром приблизительно 6,5 мм. Наружный диаметр плоского дна тигля от 30 до 32 мм.

Примечание – Горизонтальное отверстие крышки должно быть чистым.

4.1.3 Тигель из листовой стали

Тигель из листовой стали с крышкой наружным диаметром в верхней части от 78 до 82 мм, высотой от 58 до 60 мм, толщиной приблизительно 0,8 мм. На дно тигля помещают слой сухого песка объемом приблизительно 25 см³ или достаточным, чтобы тигель Скидмора с крышкой, установленный на песок, почти касался крышки тигля из листовой стали, и выравнивают его перед каждым определением.

4.1.4 Проволочная подставка

Подставка треугольной формы из неизолированной нихромовой проволоки диаметром от 2,0 до 2,3 мм с отверстием, обеспечивающим поддержание дна тигля из листовой стали на том же уровне, что и дно теплоизолятора.

4.1.5 Кожух

Кожух из листовой стали с нижней частью корпуса цилиндрической формы диаметром от 120 до 130 мм и высотой от 50 до 53 мм, оснащенный сверху вытяжной трубой высотой от 50 до 60 мм, внутренним диаметром от 50 до 56 мм, которая соединена с помощью кольцевого конусовидного элемента с нижней частью корпуса таким образом, что общая высота кожуха составляет от 125 до 130 мм. В качестве указателя высоты пламени на высоте 50 мм над верхней частью вытяжной трубы должен быть закреплен мостик из железной или нихромовой проволоки диаметром приблизительно 3 мм.

Примечание – Допускается использование кожуха, изготовленного из одного куска металла при условии, что он соответствует вышеуказанным размерам.

4.1.6 Теплоизолятор

Жаропрочный блок, огнеупорное кольцо или полый ящик из листового металла диаметром или со стороной квадрата от 150 до 175 мм, толщиной от 32 до 38 мм, с отверстием в центре обратной конической формы, облицованным металлом, диаметром у основания 83 мм и в верхней части 89 мм.

Примечание – При использовании огнеупорного кольца из твердого жаропрочного материала металлическая облицовка не требуется.

4.1.7 Горелка

Горелка Мекера или любая другая газовая горелка с диаметром головки примерно 24 мм.

4.2 Фильтр сетчатый с размером проходящих частиц от 0,147 до 0,152 мм (100 меш).

4.3 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,001 г.

4.4 Шарики стеклянные диаметром приблизительно 2,5 мм.

4.5 Песок сухой.

4.6 Секундомер.

4.7 Щипцы тигельные.

4.8 Эксикатор по ГОСТ 25336.

4.9 Колба КРН-250 ТС по ГОСТ 25336 (при необходимости).

4.10 Цилиндр мерный вместимостью 200 см³ с ценой деления 1 см³ (при необходимости).

4.11 Колба коническая (при необходимости).

4.12 Аппаратура для определения фракционного состава по ГОСТ 2177 или ГОСТ ISO 3405 (при необходимости).

5 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, или ГОСТ ISO 3170.

6 Проведение испытания

6.1 Общая процедура

6.1.1 Осматривают испытуемый образец на наличие влаги или другого взвешенного вещества. При их обнаружении образец не используют. Затем тщательно встряхивают испытуемый образец и фильтруют его через сетчатый фильтр. Взвешивают (10 ± 0,5) г испытуемого образца в тарированный фарфоровый или кварце-

вый тигель, содержащий два стеклянных шарика. Этот тигель помещают в центре тигля Скидмора. Выравнивают поверхность песка на дне большого тигля из листовой стали и устанавливают на песок точно в центре тигель Скидмора. Закрывают оба тигля крышками, крышку на большом тигле из листовой стали закрывают неплотно для обеспечения свободного выхода паров, образующихся при испытании.

Примечание – При необходимости для снижения вязкости образца его предварительно нагревают до температуры $(50 \pm 10) ^\circ\text{C}$ в течение 0,5 ч, затем фильтруют через сетчатый фильтр.

6.1.2 На соответствующей подставке или кольце размещают проволочную подставку и на нее устанавливают теплоизолятор. Затем в конусовидное отверстие теплоизолятора устанавливают тигель из листовой стали таким образом, чтобы его дно стояло на верхней части проволочной подставки, и закрывают всю систему кожухом из листовой стали для равномерного распределения тепла во время испытания (см. рисунок 1).

6.1.3 Подводят тепло с помощью высокого сильного пламени от газовой горелки Мекера таким образом, чтобы период до воспламенения составлял $(10,0 \pm 1,5)$ мин (более короткий период приводит к вспениванию продукта или к образованию слишком высокого пламени). После появления над кожухом дыма необходимо передвинуть или наклонить горелку таким образом, чтобы газовое пламя охватывало боковые стороны тигля для воспламенения паров нефтепродукта. Затем на время удаляют горелку и перед возвращением ее в прежнее положение регулируют подачу газа с помощью зажима таким образом, чтобы воспламенившиеся пары горели равномерно, а пламя было над трубой, но не выше проволочного мостика. Если пламени над трубой не видно, увеличивают интенсивность нагревания. Время горения паров составляет (13 ± 1) мин.

Примечание – При невозможности выполнения обоих условий – высота пламени и продолжительности горения, соблюдают условие продолжительности горения.

6.1.4 После прекращения горения паров и образования голубого дыма повторно регулируют газовую горелку и поддерживают пламя так же, как в начале нагревания, для того, чтобы дно и нижнюю часть тигля из листовой стали нагреть до вишнево-красного цвета, затем прокаливают в течение 7 мин. Общая продолжительность нагревания (30 ± 2) мин, включая периоды до воспламенения и горения. При выполнении испытаний не возникает трудностей, если использовать газовую горелку указанного типа и газ коммунально-бытового назначения, при этом верхняя часть горелки должна находиться примерно на 50 мм ниже дна тигля. Продолжи-

тельность отдельных периодов испытания соблюдают независимо от типа применяемой горелки и используемого газа.

6.1.5 Убирают горелку, охлаждают аппарат до полного прекращения появления дыма из тигля, затем (приблизительно через 15 мин) снимают крышку с тигля Скидмора. Нагретыми щипцами вынимают фарфоровый или кварцевый тигель, помещают в эксикатор, охлаждают и взвешивают. Вычисляют коксовый остаток в процентах от первоначального количества образца.

6.2 Проведение испытания образцов, коксовый остаток которых превышает 5 %

6.2.1 При содержании коксового остатка более 5 %, полученного по процедуре, описанной в 6.1, могут возникнуть трудности из-за вспенивания и переброса образца через край тигля.

6.2.2 Для образцов с содержанием коксового остатка в диапазоне от 5,0 % до 15,0 %, по процедуре, описанной в 6.1, повторяют испытание на образце массой $(5,0 \pm 0,5)$ г.

6.2.3 Если получают результат более 15,0 %, испытание повторяют, уменьшают массу образца до $(3,0 \pm 0,1)$ г.

6.2.4 Если образец при нагревании вспенивается и перебрасывается через край тигля, уменьшают массу образца сначала до $(5,0 \pm 0,5)$ г, а затем, при необходимости, до $(3,0 \pm 0,1)$ г.

6.2.5 При испытании образца массой $(3,0 \pm 0,1)$ г могут возникнуть трудности при контроле продолжительности предварительного воспламенения и времени горения паров. В таких случаях результаты также считают действительными.

6.3 Проведение испытания для определения коксового остатка в 10%-ном остатке от разгонки

6.3.1 Процедуру применяют для нефтепродуктов с содержанием коксового остатка менее 0,05 % таких, как, например, дизельное топливо.

6.3.2 Собирают аппарат для определения фракционного состава.

6.3.3 Помещают в колбу для разгонки объем образца, эквивалентный 200 см³ при температуре от 13 °С до 18 °С. Поддерживают температуру от 0 °С до 4 °С в бане для холодильника (для некоторых масел может быть необходимо поддерживать температуру в пределах от 38 °С до 60 °С для предотвращения застывания парафинов в трубке холодильника). В качестве приемника используют цилиндр (без очистки), с помощью которого отмеряли образец, и размещают его таким образом, чтобы конец холодильника не касался стенок цилиндра.

6.3.4 Подводят тепло к колбе с постоянной скоростью, отрегулированной таким образом, чтобы первая капля конденсата оторвалась от холодильника через интервал времени от 10 до 15 мин после начала нагревания колбы. После падения первой капли перемещают приемный цилиндр так, чтобы конец трубки холодильника касался стенки цилиндра. Затем регулируют нагревание таким образом, чтобы перегонка проходила равномерно со скоростью от 8 до 10 см³/мин. Продолжают перегонку до тех пор, пока не будет собрано 178 см³ дистиллята, затем нагревание прекращают и позволяют жидкости из холодильника стекать в цилиндр, пока не будет собрано 180 см³ жидкости (90 % содержимого колбы).

6.3.5 Заменяют цилиндр конической колбой, в которую собирают остатки из холодильника. В эту же колбу переносят также теплый остаток из перегонной колбы и тщательно перемешивают. Содержимое колбы при этом представляет собой 10%-ный остаток от разгонки исходного нефтепродукта.

6.3.6 Пока остаток от разгонки еще теплый и свободно текущий, наливают (10,0 ± 0,5) г в предварительно взвешенный тигель, который будут использовать в испытании на коксовый остаток. После охлаждения определяют массу образца и проводят испытание на коксовый остаток по 6.1.

7 Обработка результатов испытания

7.1 Вычисляют коксовый остаток образца или 10%-ного остатка от разгонки по формуле

$$\text{Коксовый остаток} = \frac{A}{W} \cdot 100, \quad (1)$$

где A — масса коксового остатка, г;

W — масса образца, г.

7.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений коксового остатка образца или 10%-ного остатка от разгонки, округленное:

- до 0,01 % — при содержании коксового остатка менее 10 %;
- до 0,1 % — при содержании коксового остатка более 10 %.

7.3 Результат испытания регистрируют как «коксовый остаток (коксуемость)» или «коксовый остаток (коксуемость) 10%-ного остатка от разгонки».

8 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование, тип и марку (при наличии) испытуемого нефтепродукта;
- дату проведения испытания;
- идентификацию образца;
- результат испытания;
- информацию о любых отклонениях от процедуры проведения испытания.

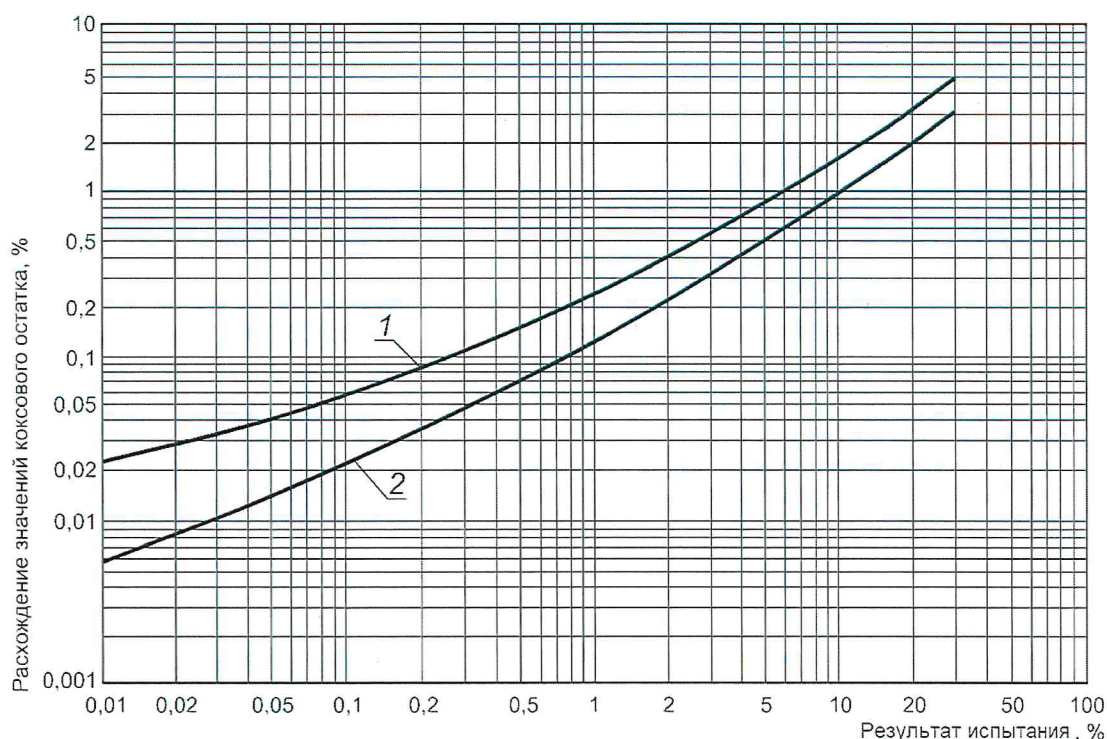
9 Прецизионность

9.1 Повторяемость r

Расхождение результатов двух определений, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение r только в одном случае из 20.

$$\log r = -0,91666 + 0,82504 \log x + 0,08239 (\log x)^2, \quad (2)$$

где x – результат испытания, %.



1 – воспроизводимость, R ; 2 – повторяемость, r

Рисунок 2 – Прецизионность

9.2 Воспроизводимость R

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение R только в одном случае из 20.

$$\log R = -0,62668 + 0,72403 \log x + 0,10730 (\log x)^2, \quad (3)$$

где x – результат испытания, %.

УДК 665.771:006.354

МКС 75.080

NEQ

Ключевые слова: нефтепродукты, определение коксового остатка методом
по Конрадсону

Заместитель председателя МТК 031



В.П. Коваленко

Ответственный секретарь МТК 031



Л.О. Перегородиева