МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 10370

Второе издание
2014-11-01

Нефтепродукты. Определение коксового остатка. Микрометод

Petroleum products – Determination of carbon residue – Micro method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R (Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO

Ссылочный номер
ISO 10370:2014(R)

© ISO 2014

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже..

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright @ iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие ..... **iv**

1 Область применения **1**

2 Нормативные ссылки **1**

3 Термины и определения **2**

4 Сущность метода **2**

5 Реактивы и материалы **2**

6 Аппаратура **2**

7 Подготовка пробы **5**
- 7.1 Общие инструкции 5
- 7.2 Простой метод 5
- 7.3 Модифицированный метод 5

8 Перенос проб **6**

9 Метод испытания **6**

10 Расчеты **7**

11 Обработка результатов **7**

12 Прецизионность **8**
- 12.1 Общие положения 8
- 12.2 Повторяемость (сходимость), *r* 8
- 12.3 Воспроизводимость, *R* 8

13 Протокол испытания **10**

Приложение А (информативное) **Взаимосвязь значений коксового остатка , определенного микрометодом, и коксового остатка, определенного методом Конрадсона** **11**

Библиография **12**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Part 2. www.iso.org/directives .

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлениях о патентном праве. www.iso.org/patents .

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (ТБТ), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): Foreword - Supplementary information.

За данный документ несет ответственность технический комитет ISO/TC 28, *Нефтепродукты и смазочные материалы.*

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 10370:1993). Кроме актуализации, касающейся эталонных топлив и химических веществ, включены результаты межлабораторных испытаний, осуществленных Институтом энергетики Соединенного Королевства на 10 %-ном по объему дистиллятном остатке методом, применяемым к средним дистиллятам, с использованием 4-миллилитровых пробирок и автоматических перегонных установок. Он также включает ISO 10370:1993/Cor.1:1996.

© ISO 2014 – Все права сохраняются

Нефтепродукты. Определение коксового остатка. Микрометод

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Применение настоящего стандарта может предполагать использование опасных материалов, процессов и оборудования. В стандарте не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь настоящего международного стандарта сам должен принять соответствующие меры по обеспечению безопасности и охране здоровья и определить применимость обязательных ограничений до использования стандарта.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения количества коксового остатка в диапазоне от 0,10 до 30,0 % (по массе) после выпаривания и пиролиза нефтепродуктов в определенных условиях.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Величина коксового остатка показывает способность нефтепродуктов образовывать углеродные отложения в схожих условиях разложения и может быть полезна при оценке относительной склонности образования коксового остатка продуктов одного и того же класса. В данном случае необходимо быть внимательным при интерпретации результатов.

Результаты испытания продуктов, остаток которых превышает 0,10 % (по массе), эквивалентны результатам, полученным при определении коксового остатка по Конрадсону (см. ISO 6615[1]) в диапазоне от 0,10 до 25,0 (подробно см. в Приложении А).

Настоящий международный стандарт применим также к нефтепродуктам, состоящим, в основном, из дистиллята, коксовый остаток которых может быть менее 0,10% (по массе). На таких продуктах готовится 10% -ный (по объему) остаток при разгонке по методу, описанному в 7.3.1 и 7.3.2 перед анализом.

Как золообразующие компоненты, определяемые по ISO 6245[2], так и нелетучие присадки, присутствующие в пробе, прибавляют к значению коксового остатка и включают в регистрируемое общее значение.

ПРИМЕЧАНИЕ 2. Присутствие органических нитратов в определенных дистиллятных топливах приводит к завышенным оценкам коксового остатка. Присутствие алкилнитрата в топливе можно определить в соответствии по методу, описанному в ISO 13759[3].

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы являются обязательными для применения с настоящим международным стандартом. Для датированных ссылок применяется только указанное по тексту издание. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 3405, *Нефтепродукты. Определение дистилляционных характеристик*

© ISO 2014 – Все права сохраняются

3 Термины и определения

В данном документе используются следующие термины и определения.

3.1
коксовый остаток
carbon residue
весь остаток, полученный от пробы в определенных условиях после испарения и пиролиза, описанных в настоящем международном стандарте

4 Сущность метода

Взвешенную аликвоту пробы нефти помещают в стеклянную пробирку и нагревают до 500 °C в потоке инертного газа (азота) в течение определенного времени, контролируя весь процесс. Летучие вещества, образующиеся во время реакций, уносятся инертным газом. Остаток углистого типа взвешивают.

5 Реактивы и материалы

5.1 Азот, с низким содержанием кислорода, т.е. 99,998 % чистоты (по объему) или лучше с соответствующей регулировкой для обеспечения давления на выходе от 0 до 200 кПа.

ПРИМЕЧАНИЕ Практичное минимальное давление на выходе на практике равно 140 кПа.

6 Аппаратура

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2d1d0ed1-f1c0-4a1e-b2f4-0e0ae1f1c0ae/iso-10370-2014

6.1 Стеклянные пробирки для пробы, вместимостью 2 мл, с наружным диаметром 12 мм и высотой приблизительно 35 мм.

Можно использовать пробирки вместимостью 4 мл, с наружным диаметром 12 мм и высотой приблизительно 72 мм используют для проб с очень низким содержанием коксового остатка (ниже 0,20 % по массе). При применении этих пробирок не было получено данных о прецизионности результатов.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Институтом энергетики Соединенного Королевства проведено межлабораторное исследование на 10 %-ном по объему дистиллятном остатке методом, применяемым к средним дистиллятам с использованием 4-миллилитровых пробирок и автоматических перегонных установок, показатели прецизионности приведены в Разделе 12.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Можно также использовать стеклянные пробирки вместимостью приблизительно 20 мл, и наружным диаметром от 20,5 мм до 21 мм и высотой (70 ± 1) мм , для проб, дающих коксовый остаток < 0,10 % по массе, так чтобы можно было определить более ощутимую разность масс. В этом случае предлагается анализировать пробу массой 5 г. Для этого метода показатели прецизионности не определяли, но они могут подойти для проб с очень низким содержанием остатка.

6.2 Пипетка или небольшая стеклянная палочка, пригодные для переноса пробы.

6.3 Коксовая печь, представляющая собой круглую нагревательную камеру, диаметром приблизительно 85 мм, 100 мм глубиной, для загрузки сверху, способную нагреваться до 500°C со скоростью 10-40°C/мин, имеющую вытяжное отверстие с внутренним диаметром 13 мм для продувки азотом (впуск около верха камеры, выпуск в центре дна), датчик термопары, который расположен рядом с пробирками для пробы, но не касаясь их, и герметично закрывающуюся крышку.

Конденсатное отверстие выходит в короткий вертикальный отвод, где конденсируется большая часть пара, которая попадает в съемный конденсационный горшок, расположенный прямо под камерой. Схема печи приведена на Рисунке 1.

 © ISO 2014 – Все права сохраняются

6.4 Держатель пробирки для пробы, состоящий из цилиндрического алюминиевого блока диаметром приблизительно 76 мм, толщиной 17 мм, с 12 равномерно расположенными отверстиями (для пробирок); каждое отверстие имеет диаметр 13 мм и глубину 13 мм.

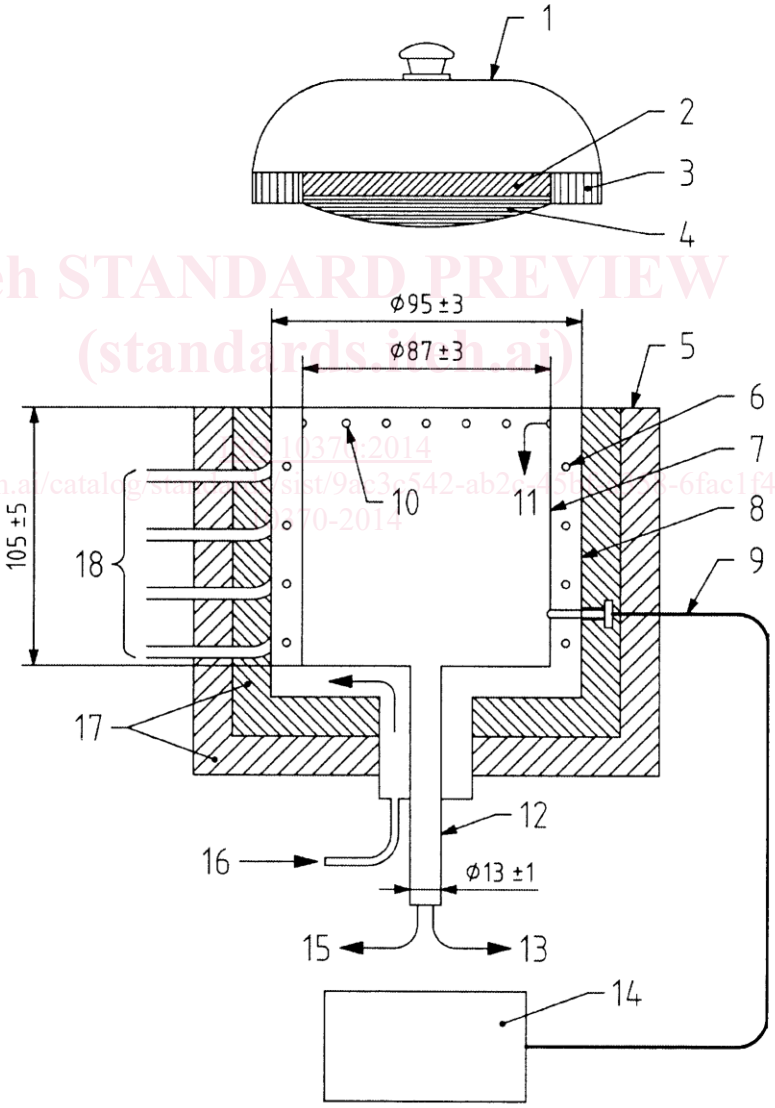
Отверстия должны быть расположены по кругу, приблизительно на расстоянии 3 мм от периметра. Держатель должен иметь ножки длиной 6 мм с направляющими к центру нагревательной камеры и метку сбоку для правильной установки. Типовой держатель представлен на Рисунке 2.

6.5 Термопара, железо-константановая, с наружной шкалой для снятия показаний в диапазоне от 450 до 550°C.

6.6 Аналитические весы чувствительностью 0,1 мг.

6.7 Охлаждающий сосуд, эксикатор или аналогичный герметичный сосуд без осушителя.

Размеры в миллиметрах



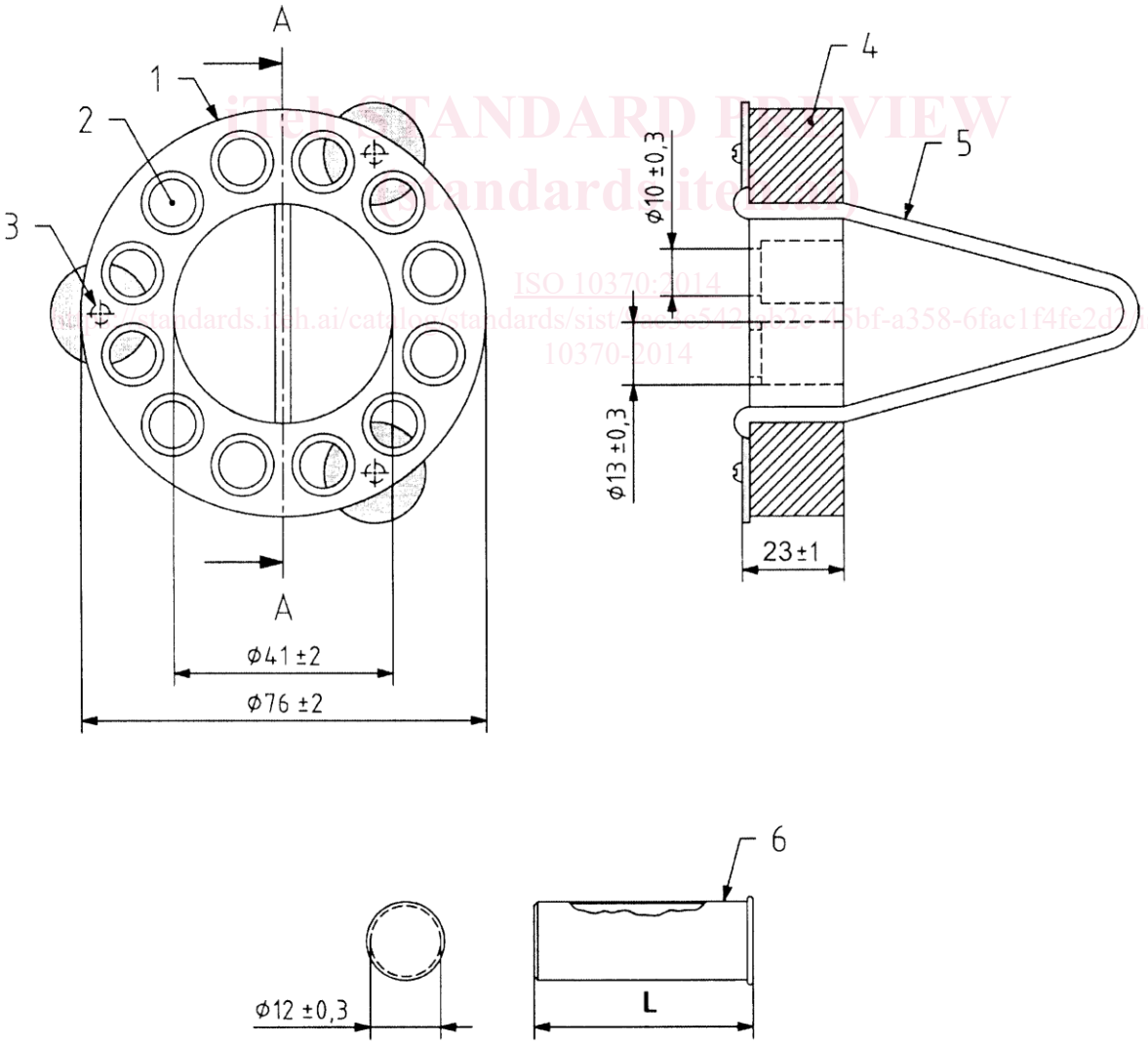
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a63c542-ab2a-4f5b-a7a-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

Обозначение

1	крышка	10	серия отверстий диаметром 1 мм
2	изоляция	11	впуск азота
3	керамическое кольцо	12	отводная трубка из нержавеющей стали
4	сферическая пробка из нержавеющей стали 304	13	конденсат
5	печь	14	микропроцессорное управление
6	спираль нагревателя в поперечном сечении	15	дым
7	внутренняя цилиндрическая оболочка из нержавеющей стали	16	подача азота внутрь
8	наружная цилиндрическая оболочка из нержавеющей стали	17	два слоя изоляции
9	провода термопары	18	выводы нагревателя к двум спиралям трубчатого нагревателя по 700 Вт

Рисунок 1 – Печь для коксования в сборе

Размеры в миллиметрах



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ccc542c-0b22-45bf-a358-6fac1f4fe2d1/iso-10370-2014

© ISO 2014 – Все права сохраняются

Обозначение

1 держатель пробирок

2 12 идентичных отверстий, расположенных равномерно – пробирки вставляются свободно

3 небольшие винты (три) для ножек – стальная сетчатая центрирующая прокладка (по одной на каждую ножку)

4 кольцо – из алюминиевого сплава

5 рукоятка – из нержавеющей стали

6 пробирка – из известково-натриевого стекла

L длина пробирки (37 ± 3) для пробирки вместимостью 2 мл и (72 ± 3) для пробирки вместимостью 4 мл

Рисунок 2 – Пробирка для пробы (известково-натриевое стекло (рисунок внизу) и держатель пробирок (рисунок вверху))

7 Подготовка пробы

7.1 Общие инструкции

При испытании проб, состоящих в основном из дистиллята, либо готовят пробу в соответствии с 7.2, либо готовят остаток от разгонки по измененному методу в соответствии с ISO 3405, приведенному в 7.3. В этом последнем методе используются пробирки вместимостью 4 мл (6.1), а сам метод должен использоваться для проб средних дистиллятов, которые могут дать коксовый остаток ниже 0,30 % по массе.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.2 Простой метод

Тщательно перемешивают подлежащую испытанию пробу, сначала подогрев ее, если необходимо снизить вязкость. Если пробы находятся в жидком состоянии, переносят непосредственно в пробирки (6.1) с помощью палочки или шприца. Если пробы представляют собой твердый материал, то их необходимо либо подогреть, либо заморозить жидким азотом, а затем раздробить на небольшие кусочки, с которыми можно управляться.

ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac5c542-ab2c-436f-a358-6fac114fe2d2/iso-10370-2014

7.3 Модифицированный метод

7.3.1 Необходимо следить, чтобы до использования чистые пробирки вместимостью 4 мл (6.1) хранились в эксикаторе без осушителя. Собирают аппарат как указано в ISO 3405, используя чистую колбу вместимостью 125 мл без углеродных отложений, в которую помещают шесть стеклянных или керамических шариков (рекомендуется использовать бусины диаметром 1,5 мм – 2,5 мм), защищающих от пульсирующего кипения и способствующих тщательному перемешиванию остатка.

Термометр в горлышке колбы для дистилляции можно не устанавливать, а заменить пробку с термометром на пробку из плотно скрученной пробковой полоски или силоксанового каучука, поскольку критическим в отношении температуры является объем собранного дистиллята, а не объем в колбе. Для работы автоматического аппарата может потребоваться устройство, регистрирующее температуру.

7.3.2 Нагревание прекращают, когда 88 мл дистиллята собирается в приемнике. Дают колбе охладиться в течение 5 мин в конце разгонки. Перемешивают остаток в колбе круговыми движениями, Сразу же после перемешивания переносят от 2,5 мл до 3,0 мл в предварительно взвешенную пробирку вместимостью 4 мл (6.1) и снова взвешивают. Следят за тем, чтобы в пробирку не попали бусины. Этот остаток представляет 10 %-ную по объему донную часть исходной пробы.

© ISO 2014 – Все права сохраняются

8 Перенос проб

8.1 Во время взвешивания или заполнения пробирки следует брать щипцами, чтобы свести к минимуму погрешность при взвешивании. После использования пробирку выбрасывают.

8.2 Взвешивают чистые пробирки для пробы и записывают массу с точностью до 0,1 мг.

8.3 Переносят соответствующую массу пробы см. Таблицу 1 в тарированную пробирку (не касаясь стенок), вновь взвешивают с точностью до 0,1 мг и записывают результат. Помещают пробирку с пробой в держатель пробирок (до 12 штук), отмечая положение каждой пробы относительно метки.

В каждую партию испытуемых проб можно включить контрольную пробу, которая должна быть типичной пробой, испытанной не менее 20 раз на одном и том же оборудовании, чтобы определить средний процент коксового остатка и стандартное отклонение.

Результаты для каждой партии считаются приемлемыми, если результаты для контрольной пробы попадают в интервал среднего содержания остатка плюс/минус три стандартных отклонения. Выход результатов для контрольной пробы из этого диапазона указывает на проблемы с методом или оборудованием.

Таблица 1 – Размер пробы

Описание образца	Предполагаемый коксовый остаток % (по массе)	Масса образца г
Черный вязкий или твердый	>5,0	0,15±0,05
Коричневый или черный непрозрачный и подвижный	1,0-5,0	0,50±0,10
Прозрачный или полупрозрачный	0,2-1,0	1,50 ± 0,50
Средний дистиллят, 10 %-ный по объему остаток	< 0,3	3,00± 0,50 при применении пробирки вместимостью 4 мл

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac5e342-ab2a-45b6-a558-6fac144fc242/iso-10370-2014

9 Метод испытания

9.1 Помещают держатель с пробирками, загруженными как указано в 8.3, в нагревательную камеру в печь при температуре <100°C и закрывают крышку. Продувают азотом в течение не менее 10 мин со скоростью 600 мл/мин. Постепенно снижают скорость продувки до 150 мл/мин и медленно нагревают печь до 500 °C со скоростью от 10 °C/мин до 15 °C/мин.

9.2 Поддерживают печь при температуре 500 °C ± 2 °C в течение 15 мин. Затем отключают и дают ей остыть, продувая в это время азотом со скоростью 600 мл/мин. Когда температура печи станет менее 250°C, вынимают держатель с пробирками для последующего охлаждения в эксикаторе.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 После удаления проб из печи можно отключить подачу азота.

Если проба пенится или выплескивается, что приводит к ее потере, пробу выбрасывают и испытание повторяют.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Разбрызгивание может происходить за счет содержания воды в пробе, которую можно удалить предварительным легким подогреванием в условиях пониженного давления с последующим продуванием азотом. Альтернативно, можно использовать пробу в меньшем количестве.

Если необходимо провести другое испытание, то следует снять крышку для более быстрого охлаждения.

 © ISO 2014 – Все права сохраняются