МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 10370

Второе издание
2014-11-01

Исправленная версия
2022-12

Нефтепродукты — Определение коксового остатка — Микрометод

Petroleum products — Determination of carbon residue — Micro method

Produits pétroliers — Détermination du résidu de carbone — Méthode micro

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Ссылочный номер
ISO 10370:2014(R)

© ISO 2014

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 защищены. Если не указано иное или в ходе реализации, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопирование, или размещение в сети интернет или интранет, без предварительного письменного согласия ISO. Запрос о разрешении может быть направлен по адресу, приведенному ниже, или в комитет – член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
CP 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva
Телефон: +41 22 749 01 11
Email: copyright@iso.org
Веб-сайт: www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Стр.

Предисловие ..... **iv**

1 Область применения **1**

2 Нормативные ссылки **1**

3 Термины и определения **1**

4 Сущность метода **2**

5 Реактивы и материалы **2**

6 Аппаратура **2**

7 Подготовка пробы **6**
- 7.1 Общие инструкции 6
- 7.2 Простой метод 6
- 7.3 Модифицированный метод 6

8 Перенос проб **6**

9 Метод испытания **7**

10 Расчеты **8**

11 Обработка результатов **8**

12 Прецизионность **8**
- 12.1 Общие положения 8
- 12.2 Повторяемость (сходимость), *r* 9
- 12.3 Воспроизводимость, *R* 9

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/...
10370-2014

© ISO 2014 – Все права сохраняются

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.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

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

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. Исправлена опечатка в формуле 2 п.12.2.

© 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*

3 Термины и определения

В данном документе используются следующие термины и определения.

© ISO 2014 – Все права сохраняются

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/9ac3c542-ab2c-45bf-a358-6fac1f4fe2d2/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.

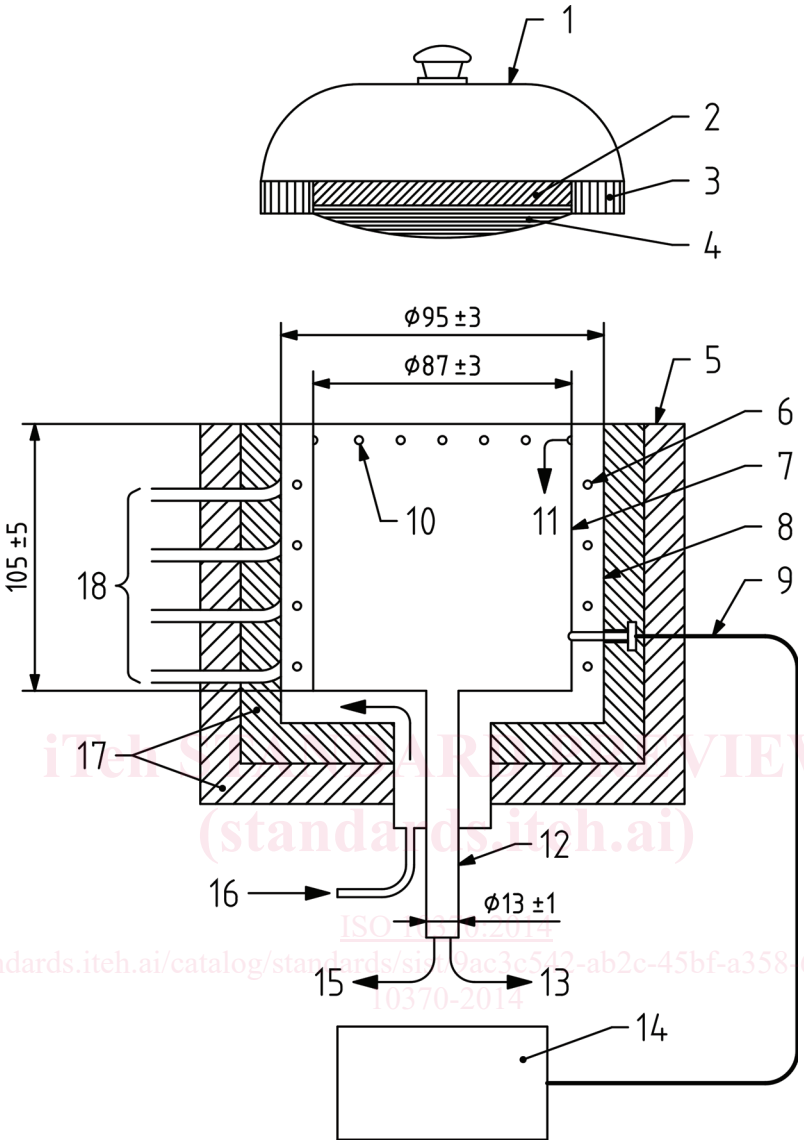
6.5 Термопара, железо-константановая, с наружной шкалой для снятия показаний в диапазоне от 450 до 550°C.

6.6 Аналитические весы чувствительностью 0,1 мг.

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

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

Размеры в миллиметрах



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

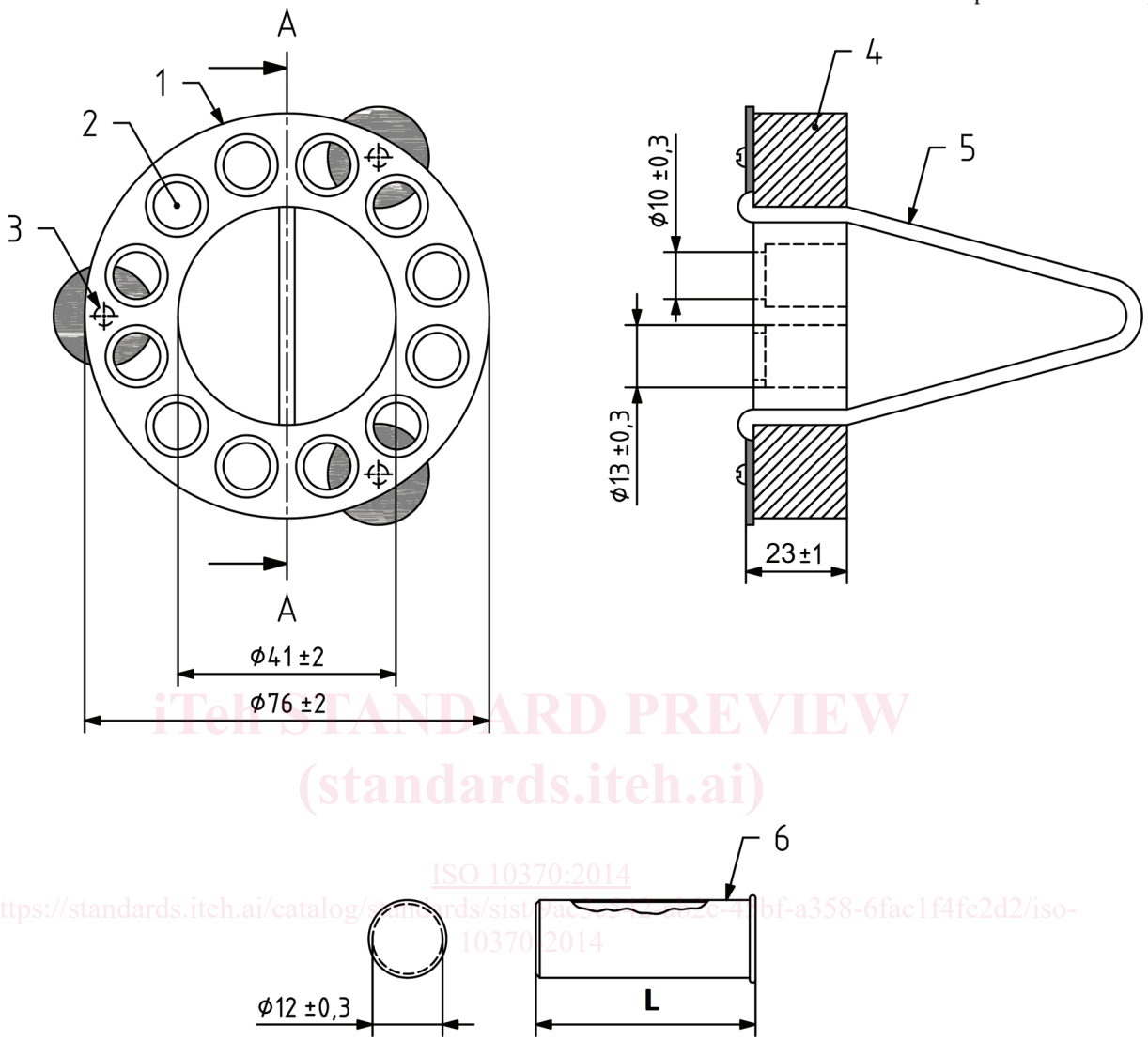
Обозначение

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

Рисунок 1 — Печь для коксования в сборе

© ISO 2014 – Все права сохраняются

Размеры в миллиметрах



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9ac[illegible]bf-a358-6fac1f4fe2d2/iso-10370-2014

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))

© ISO 2014 – Все права сохраняются

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.

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.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10370:2014
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a39ac3e-942a-4b2c-45b1-a5ed-0fac11fme2d2/iso-10370-2014

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.

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.

© ISO 2014 – Все права сохраняются