

<b>СССР</b> — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	<b>ГОСУДАРСТВЕННЫЙ          СТАНДАРТ</b>	<b>ГОСТ</b> <b>8513—57</b>
	Нефтепродукты темные <b>МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ          МАКСИМАЛЬНОЙ          ТЕМПЕРАТУРЫ          ЗАСТЫВАНИЯ</b>	Группа Б09

Настоящий стандарт устанавливает метод определения максимальной температуры, при которой испытуемый темный нефтепродукт в условиях опыта загустевает настолько, что при наклоне пробирки с продуктом под углом  $45^\circ$  уровень продукта остается неподвижным в течение одной минуты.

Применение метода предусматривается в стандартах и ведомственных технических условиях на темные нефтепродукты.

### I. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. При определении температуры застывания темных нефтепродуктов применяются:

а) пробирки стеклянные со сферическим дном, длина пробирки  $160 \pm 10$  мм, внутренний диаметр  $30 \pm 1$  мм; на наружной боковой поверхности пробирки на расстоянии 40 мм от ее дна должна быть сделана несмываемая водой кольцевая метка;

б) пробирки-муфты с вогнутым внутрь или сферическим дном, длина пробирки  $125 \pm 10$  мм, внутренний диаметр  $50 \pm 3$  мм;

в) сосуд для охладительной смеси (деревянный, фарфоровый, стеклянный или металлический с тепловой изоляцией) цилиндрической формы, высотой не менее 160 мм и внутренним диаметром не менее 120 мм;

г) термометры ртутные стеклянные по черт. 6 ГОСТ 400—64; термометры должны быть проверены в установленном порядке и иметь свидетельство о поверке с указанием поправок;

д) термометр для измерения температуры охладительной смеси любого типа, с соответствующей градуировкой шкалы;

е) термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 2045—43 с пределами градуировки шкалы от  $0^\circ$  до  $100^\circ$  С и ценой деления шкалы  $1^\circ$  С для измерения температуры обработки нефтепродукта;

Внесен Министерством нефтяной промышленности СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 6/VII 1957 г.	Срок введения 1/I 1958 г.
---	--	------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

ж) колба коническая по ГОСТ 10394—63 номинальной вместимостью 100—250 *мл*;

з) штатив с держателями для пробирки-муфты и термометра, предназначенного для измерения температуры охлаждающей смеси;

и) баня водяная;

к) вода и лед — для температур выше 0° С; соль поваренная и лед мелко истолченный или снег — для температур от 0° до минус 20° С; спирт денатурированный или спирт-сырец, или бензин «Галоша», или низкозастывающие лигроин и керосин прямой гонки и твердая углекислота (сухой лед) — для температур ниже минус 20° С. Допускается применение и других охлаждающих смесей;

л) кислота серная по ГОСТ 2184—65 или по ГОСТ 4204—66.

## II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. В случае необходимости приготовить охлаждающую смесь с твердой углекислотой в сосуд для охлаждающей смеси наливают до  $\frac{2}{3}$  высоты его спирт или другую, указанную в п. 1 жидкость, и добавляют маленькими порциями, при перемешивании, кусочки углекислоты. По мере понижения температуры, размер порций углекислоты постепенно увеличивают, следя за тем, чтобы не было выбросов и разбрызгивания спирта; после прекращения интенсивного газовыделения в сосуд осторожно доливают спирт до необходимой высоты.

При применении в качестве охлаждающей жидкости спирта или бензина приготовление смеси рекомендуется производить в вытяжном шкафу.

3. Испытуемый нефтепродукт перед анализом в случае наличия в нем более 5% воды сушат.

## III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. Обезвоженный продукт в количестве 100—120 *мл* наливают в коническую колбу, закрывают ее корковой пробкой с вставленным термометром с пределами градуировки шкалы от 0° до 100° С и погружают в кипящую водяную баню, время от времени взбалтывая содержимое колбы. Как только испытуемый нефтепродукт в колбе нагреется до 95—97° С, колбу вынимают из бани, вытирают горло колбы от капель воды и разливают нефтепродукт в 3—4 пробирки с внутренним диаметром 30 *мм* до метки так, чтобы продукт не растекся по стенкам пробирки.

Каждую пробирку плотно закрывают корковой пробкой с вставленным в нее термометром для определения температуры застывания, укрепляя его так, чтобы он проходил по оси пробирки, а его резервуар находился на расстоянии 10—15 *мм* от дна пробирки. Для большей устойчивости термометра в его рабочем положении в пробирке

на нижнюю часть термометра (приблизительно на середине ее длины) надевают корковую пробку, пригнанную так, чтобы она входила в пробирку с небольшим трением.

Тотчас же после установки термометра каждую из пробирок с горячим нефтепродуктом погружают в охлаждающую смесь с температурой минус  $5^{\circ}\text{C}$ .

Когда нефтепродукт охладится до  $0^{\circ}\text{C}$  (что достигается по истечении 10—15 мин), пробирки вынимают из охлаждающей смеси, погружают в водяную баню с температурой  $52^{\circ}\text{C}$  и выдерживают до тех пор, пока нефтепродукт не нагреется до  $50^{\circ}\text{C}$ , после чего температура бани может быть снижена до  $50$ — $51^{\circ}\text{C}$ .

5. Затем одну из пробирок с испытуемым нефтепродуктом вынимают из водяной бани, насухо вытирают снаружи и укрепляют при помощи корковой пробки в пробирке-муфте так, чтобы стенки ее находились приблизительно на одинаковом расстоянии от стенок муфты.

При определении температуры застывания ниже  $0^{\circ}\text{C}$  в пробирку-муфту перед испытанием наливают 0,5—1,0 мл серной кислоты.

Собранный прибор помещают в сосуд с охлаждающей смесью, температуру которой предварительно устанавливают на  $5^{\circ}\text{C}$  ниже намеченной для определения температуры застывания.

Во время охлаждения продукта установленную температуру охлаждающей смеси поддерживают с точностью  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ . Когда продукт в пробирке достигнет температуры, намеченной для определения застывания, прибор наклоняют под углом  $45^{\circ}$  и, не вынимая из охлаждающей смеси, держат в таком положении в течение одной минуты.

После этого прибор осторожно вынимают из охлаждающей смеси, быстро вытирают пробирку-муфту и наблюдают не сместился ли мениск испытуемого продукта.

Если мениск сместился, то охлаждают вторую пробирку на  $4^{\circ}\text{C}$  ниже предыдущей температуры. Если в этом случае мениск не сместился, то третью пробирку охлаждают до температуры на  $2^{\circ}\text{C}$  выше и т. д.

В случае необходимости повторить определение температуры застывания нефтепродукта, испытуемый продукт снова нагревают в колбе до  $95$ — $97^{\circ}\text{C}$ , наливают в пробирку, охлаждают до  $0^{\circ}\text{C}$ , а затем нагревают до  $50^{\circ}\text{C}$ . Повторно нагревать одну и ту же пробирку только до температуры  $50^{\circ}\text{C}$  нельзя.

6. За результат анализа в данном опыте принимают температуру, при которой мениск продукта остается неподвижным, а при повторении испытания на  $2^{\circ}\text{C}$  выше он сдвигается.

Для установления максимальной температуры застывания испытуемого нефтепродукта проводят два параллельных испытания.

7. В том случае, если требуется проверить только соответствие нефтепродукта норме, установленной на него стандартом, то прове-

ряют, смещается ли мениск этого продукта после испытания его по пп. 4—6 настоящего стандарта при температуре на  $2^{\circ}\text{C}$  выше температуры, установленной стандартом.

#### IV. УСТАНОВЛЕНИЕ ПОКАЗАНИЙ

8. За максимальную температуру застывания испытуемого нефтепродукта принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождения между которыми не превышают допускаемые.

#### V. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

9. Расхождения между двумя параллельными определениями максимальной температуры застывания темных нефтепродуктов не должны превышать  $2^{\circ}\text{C}$ .

---

#### Замена

- ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 3184—46 в части посуды из стекла «Пирекс» и в части посуды из стекла марок 23 и 846.  
ГОСТ 2184—65 введен взамен ГОСТ 2184—43.  
ГОСТ 400—64 введен взамен ГОСТ 400—41.  
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
-