

НЕФТЬ, НЕФТЕПРОДУКТЫ И ПРИСАДКИ**Метод определения механических примесей**

Petroleum, petroleum products and additives.
Method for determination of mechanical admixtures

**ГОСТ
6370—83**

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения **01.01.84**

Настоящий стандарт распространяется на нефть, жидкие нефтепродукты и присадки и устанавливает метод определения механических примесей.

Настоящий стандарт не распространяется на пластичные смазки и битумы.

Сущность метода заключается в фильтровании испытуемых продуктов с предварительным растворением медленно фильтрующихся продуктов в бензине или толуоле, промывании осадка на фильтре растворителем с последующим высушиванием и взвешиванием.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или другого типа, обеспечивающий предельное остаточное давление не более $1,33 \cdot 10^3$ Па (10 мм рт. ст.).

Шкаф сушильный или термостат, обеспечивающие температуру нагрева (105 ± 2) °С.

Баня водяная или электроплитка с закрытой спиралью.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Стеклопосуда и оборудование по ГОСТ 25336:

стаканы В-1—200ТС, В-1—400ТС, В-1—600ТС, В-1—1000ТС или колбы Кн-2—500—34ТС, Кн-2—500—50ТС, Кн-2—750—34ТС, Кн-2—1000—34ТС, Кн-2—1000—42ТС, Кн-2—1000—50ТС;

стаканчики СВ 14/8, 19/9, 24/10, 34/12;

воронки В56—80ХС, В75—110ХС;

колбы 1—500, 1—1000;

эксикаторы 1—190; 1—250; 2—190; 2—250.

Воронки Бюхнера 1, 2, 3, 4, 5 по ГОСТ 9147.

Воронка для горячего фильтрования.

Стеклопалочка длиной 150—200 мм с оплавленным концом.

Промывалка с резиновой грушей.

Беззольный бумажный фильтр марки «Белая лента» или «Красная лента» или воронки ВФ-1—40-ПОР10, ВФ-1—60-ПОР10, ВФ-1—90-ПОР10, ВФО-40-ПОР10—19/26, ВФО-60-ПОР10—29/32, ВФО-90-ПОР10—29/32 по ГОСТ 25336.

При разногласиях в оценке качества продукции по механическим примесям применяют бумажный фильтр марки «Белая лента», испытания проводят в одинаковых условиях.

Нефрас-С 50/170 по ГОСТ 8505 или нефрас С₂ или С₃ по НТД или бензин прямогонный с температурой начала кипения не ниже 80 °С.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эфир этиловый технический.

Толуол нефтяной по ГОСТ 14710 или по ГОСТ 5789.

Смесь этилового спирта и толуола 1:4 (по объему).

Смесь этилового спирта и этилового эфира 4:1 (по объему).

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 0,1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.



С. 2 ГОСТ 6370—83

Термометр ТЛ-2 1—2 по ГОСТ 28498.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вакуумметр, обеспечивающий регистрацию остаточного давления $1,33 \cdot 10^3$ Па (10 мм рт. ст.).

При испытании допускается использовать реактивы квалификации не ниже указанной в стандарте.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Пробу нефтепродукта хорошо перемешивают вручную встряхиванием в течение 5 мин в емкости, заполненной не более $\frac{3}{4}$ ее вместимости. Парафинистые и вязкие нефтепродукты предварительно нагревают до 40°C — 80°C .

Пробы присадок к маслам нагревают до 70°C — 80°C и затем тщательно перемешивают стеклянной палочкой в течение 5 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

2.3. Бумажный или стеклянный фильтр промывают тем же растворителем, который применяют при испытании.

Бумажный фильтр помещают в чистый сухой стаканчик для взвешивания.

Стаканчик с фильтром с открытой крышкой или стеклянный фильтр сушат в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 45 мин, после чего стаканчик закрывают крышкой. Стеклянный фильтр или стаканчик с фильтром охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Стаканчик с фильтром или стеклянный фильтр высушивают и взвешивают до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г. Повторные высушивания фильтра производят в течение 30 мин.

2.4. Если для испытания в качестве растворителя используют спирто-толуольную или спирто-эфирную смесь, то перед высушиванием и доведением до постоянной массы фильтры дополнительно обрабатывают фильтрованием 50 см^3 горячего спирта с температурой 50°C — 60°C .

2.5. При необходимости фильтр промывают 50 см^3 горячей дистиллированной воды, нагретой до температуры 80°C .

При необходимости вязкость испытуемого продукта определяют по ГОСТ 33.

2.3—2.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.6. Все растворители должны быть профильтрованы через фильтр того же типа, на котором проводят испытание пробы.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В стакан помещают подготовленную пробу испытуемого продукта и разбавляют подогретым растворителем (бензином, толуолом) в соответствии с табл. 1. Перед испытанием предварительно определяют минимальный объем пробы и растворителя, необходимого для ее растворения.

При определении механических примесей в нефтях, темных нефтепродуктах, смазочных маслах с присадками и в присадках в качестве растворителя применяют толуол.

Т а б л и ц а 1

Характеристика образца	Масса пробы, г	Погрешность взвешивания, г	Отношение объема растворителя к массе пробы
Нефтепродукты с вязкостью при 100°C : не более $20\text{ мм}^2/\text{с}$	100	0,05	От 2 до 4
свыше $20\text{ мм}^2/\text{с}$	50	0,01	От 4 до 6
Нефть с массовой долей механических примесей не более 1 %	50	0,01	От 5 до 10
Топливо котельное с массовой долей механических примесей: не более 1 %	25	0,01	От 5 до 10
свыше 1 %	10	0,01	До 15
Присадки	10	0,01	До 15

Бензин и толуол для растворения пробы испытуемых продуктов подогревают на водяной бане до температуры 40 °С и 80 °С соответственно.

Не допускается кипение растворителя при подогреве.

3.2. Содержимое стакана фильтруют через подготовленный по пп. 2.3—2.5 бумажный фильтр, помещенный в стеклянную воронку или стеклянный фильтр, укрепленные в штативе.

Раствор наливают на фильтр по стеклянной палочке, воронку с фильтром наполняют раствором не более чем на 3/4 высоты фильтра. Остаток на стакане смывают на фильтр чистым бензином (толуолом) до тех пор, пока капля фильтрата, помещенная на фильтровальную бумагу, не будет оставлять масляного пятна после испарения.

Остатки нефтепродукта или твердые примеси, приставшие к стенкам стакана, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр горячим чистым бензином (толуолом), нагретым до 40 °С (80 °С).

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Если испытуемый продукт содержит воду, затрудняющую фильтрацию, то раствор образца отстаивают от 10 до 20 мин, после чего сначала фильтруют бензиновый (толуольный) раствор, осторожно сливая его с отстоя, затем отстой разбавляют 5—15-кратным (по объему) количеством спирто-эфирной смеси и переносят на фильтр. Остаток в колбе смывают на фильтр спирто-эфирной смесью и подогретым бензином (толуолом).

3.4. При определении содержания механических примесей в медленно фильтрующихся продуктах допускается фильтровать раствор образца, промывать фильтрат под вакуумом и применять воронку для горячего фильтрования.

Для фильтрования под вакуумом воронку для фильтрования с помощью резиновой пробки присоединяют к колбе для фильтрования под вакуумом, соединенной с насосом. Бумажный фильтр смачивают растворителем и помещают в воронку так, чтобы фильтр плотно прилегал к стенкам воронки.

При фильтровании в воронке Бюхнера загнутые края фильтра должны плотно прилегать к стенкам воронки.

Воронку заполняют раствором не более, чем на 3/4 высоты фильтра, каждую новую порцию добавляют после того, как предыдущая стекла достаточно полно.

При фильтровании с применением воронки для горячего фильтрования не допускается вскипание фильтруемого раствора.

Бензиновый раствор допускается нагревать до температуры не более 40 °С, толуольный раствор не более 80 °С.

3.5. После фильтрации фильтр с осадком при помощи промывалки с резиновой грушей промывают подогретым до 40 °С бензином до тех пор, пока на фильтре не будет следов нефтепродукта и растворитель не будет стекать совершенно прозрачным и бесцветным.

При определении механических примесей в нефтях, темных нефтепродуктах и смазочных маслах с присадками и в присадках фильтр с осадком промывают толуолом, подогретым до температуры не более 80 °С.

При определении механических примесей в присадках и маслах с присадками при наличии на фильтре осадка, не растворяющегося в бензине и толуоле, допускается дополнительно промывать фильтр подогретой до температуры 60 °С спирто-толуольной смесью.

3.6. При определении механических примесей в нефтях, присадках и маслах с присадками допускается дополнительно промывать фильтр горячей дистиллированной водой, фильтр с осадком после промывки органическими растворителями просушивают на воздухе в течение 10—15 мин и затем промывают 200—300 см³ горячей дистиллированной водой.

При определении механических примесей в нефтях промывку горячей водой ведут до отсутствия хлорид-ионов в фильтрате (отсутствие помутнения раствора). Наличие хлорид-ионов проверяют раствором азотнокислого серебра 0,1 моль/дм³.

3.7. По окончании промывки фильтр с осадком переносят в стаканчик для взвешивания с открытой крышкой, в котором сушился чистый фильтр. Стаканчик с фильтром с открытой крышкой или стеклянный фильтр сушат в сушильном шкафу при температуре (105±2) °С не менее 45 мин. Затем стаканчик закрывают крышкой, стаканчик с фильтром или стеклянный фильтр охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Стаканчик с фильтром или стеклянный фильтр высушивают и взвешивают до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г. Повторные высушивания фильтра так же, как и последующие охлаждения, проводят в течение 30 мин.

3.8. Если содержание механических примесей после первого взвешивания не превышает

С. 4 ГОСТ 6370—83

нормы, установленной в нормативно-технической документации на нефтепродукт или присадку, фильтр до постоянной массы не доводят.

3.4—3.8. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю механических примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100,$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с бумажным фильтром и механическими примесями или масса стеклянного фильтра с механическими примесями, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с чистым подготовленным бумажным фильтром или масса подготовленного стеклянного фильтра, г;

m_3 — масса пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

4.3. Сходимость

Два результата определения, полученные одним лаборантом, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождения между ними не превышают значения, указанные в табл. 2.

4.4. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные разными лаборантами, в двух разных лабораториях, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождения между ними не превышают значения, указанные в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Механические примеси, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
До 0,01	0,0025	0,005
Св. 0,01 » 0,1	0,005	0,01
» 0,1 » 1,0	0,01	0,02
» 1,0	0,1	0,20

Массовая доля механических примесей до 0,005 % включительно оценивается как их отсутствие.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**РАЗРАБОТЧИКИ**

Е.М. Никоноров, д-р техн. наук; **В.В. Булатников**, канд. техн. наук; **В.Д. Милованов**, канд. техн. наук (руководители темы); **Л.А. Садовникова**, канд. техн. наук; **Л.Г. Нехамкина**, канд. хим. наук; **Н.П. Соснина**, канд. хим. наук; **Т.И. Довгополая**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 12.04.83 № 1708**3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 33—2000	2.5
ГОСТ 1277—75	1
ГОСТ 5789—78	1
ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 8505—80	1
ГОСТ 9147—80	1
ГОСТ 12026—76	1
ГОСТ 14710—78	1
ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 28498—90	1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 11—88)**