

СССР — Всесоюзный комитет стандартов при Совнарком Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 1533—42
	Масла и темные нефтепродукты ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАСТЫВАНИЯ	Взамен ОСТ НКТП 7872/2292, М. И. 7к—36
		Группа Б09

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОНЯТИЯ

1. Температурой застывания нефтепродуктов называется та температура, при которой испытуемый нефтепродукт в условиях опыта загустевает настолько, что при наклоне пробирки с продуктом под углом 45° уровень продукта остается неподвижным в течение одной минуты.

II. НАЗНАЧЕНИЕ МЕТОДА

2. Метод предназначается для условной оценки масел и темных нефтепродуктов в отношении потери подвижности при определенных температурных условиях.

III. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

3. Метод применяется при заводском контроле, приемочных и арбитражных испытаниях и в научно-исследовательских работах.

IV. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

4. При проведении определения применяется следующая аппаратура:

а) пробирка химическая со сферическим дном, высота пробирки 160 ± 10 мм, внутренний диаметр 20 ± 1 мм; на наружной боковой поверхности пробирки на расстоянии 30 мм от ее дна должна быть сделана не смываемая водой кольцевая метка;

б) пробирка-муфта с вогнутым внутрь или сферическим дном; высота пробирки 130 ± 10 мм, внутренний диаметр 40 ± 2 мм;

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

Внесен Главным управлением по сбыту нефтепродуктов при СНК СССР

Утвержден Всесоюзным комитетом стандартов 30/IV 1942 г.

Срок введения 1/VIII 1942 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

г) термометр ртутный по черт. 6 ГОСТ 400—64 для определения застывания нефтепродуктов выше минус 35°C со свидетельством о проверке госповерителем Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР;

д) термометр жидкостный с пределом измерений от -80°C до $+60^{\circ}\text{C}$, соответствующий по своим размерам, за исключением длины резервуара, термометру по черт. 6 ГОСТ 400—64 для определения застывания нефтепродуктов ниже минус 30°C со свидетельством о проверке госповерителем Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР;

е) термометр любого типа для измерения температуры охлаждающей смеси с соответствующей градуировкой шкалы;

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

з) баня водяная.

5. Для анализа необходимы следующие реактивы и материалы:

а) вода и лед — для температур выше 0°C , соль поваренная и лед мелко истолченный или снег — для температур от 0° до минус 20°C ; спирт денатурированный или спирт-сырец, или бензин «Галоша», или низкозастывающие лигроин и керосин прямой гонки и твердая углекислота (сухой лед), или жидкий воздух — для температур ниже минус 20°C ;

б) кислота серная (уд. в. 1,84) или олеум.

П р и м е ч а н и е. При отсутствии углекислоты или жидкого воздуха можно применять и другие охлаждающие смеси.

В. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

6. В случае необходимости приготовить охлаждающую смесь с твердой углекислотой в сосуд для охлаждающей смеси до $\frac{2}{3}$ его высоты наливают спирт (или другую, указанную в п. 5а, жидкость) и добавляют маленькими порциями при перемешивании кусочки углекислоты. По мере понижения температуры размер порций углекислоты постепенно увеличивают, следя за тем, чтобы при добавлении очередной порции не было выбросов и разбрызгивания спирта; после прекращения интенсивного газовыделения в сосуд осторожно доливают спирт до необходимой высоты.

П р и м е ч а н и е. При применении в качестве охлаждающей жидкости денатурированного спирта или бензина «Галоша» приготовление смеси рекомендуется производить в вытяжном шкафу.

7. Нефтепродукт перед испытанием в случае наличия в нем воды обезвоживают. Удаление значительных количеств воды из нефтепродукта производят предварительным отстаиванием и последующим сливанием нефтепродукта.

Дальнейшая осушка для разных продуктов достигается различно. Легкоподвижные продукты взбалтывают периодически в течение

10—15 мин со свежепрокаленным и измельченным сульфатом натрия или зерненным хлористым кальцием, дают хорошо отстояться и фильтруют через сухой фильтр. Вязкие нефтепродукты подогревают до температуры не выше 50°C и фильтруют через слой крупнокристаллической, свежепрокаленной поваренной соли. Для этого в обыкновенную воронку вкладывают проволочную сетку или немного ваты и сверху насыпают соли. Сильно обводненные нефтепродукты фильтруют последовательно через 2—3 воронки.

8. Обезвоженный продукт наливают в сухую, чистую химическую пробирку до метки так, чтобы он не растекался по стенкам пробирки.

В пробирку при помощи корковой пробки плотно вставляют соответствующий термометр, укрепляя его так, чтобы он проходил по оси пробирки, а его резервуар находился на расстоянии 8—10 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.

9. Пробирку с продуктом и термометром помещают в водяную баню, нагретую предварительно до температуры $50 \pm 1^{\circ}\text{C}$ и выдерживают в ней до тех пор, пока продукт не примет температуры бани.

VI. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

10. Пробирку с продуктом и термометром вынимают из водяной бани, насухо вытирают ее снаружи и укрепляют при помощи корковой пробки в пробирке-муфте так, чтобы стенки ее находились приблизительно на одинаковом расстоянии от стенок муфты.

Собранный таким образом прибор закрепляют в держателе штатива в вертикальном положении и оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока нефтепродукт не охладится до температуры $35 \pm 5^{\circ}\text{C}$, а затем помещают его в сосуд с охладительной смесью, температуру которой предварительно устанавливают на 5°C ниже намеченной для определения температуры застывания.

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

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

П р и м е ч а н и е. При определении температуры застывания ниже 0°C в пробирку-муфту наливают перед испытанием 0,5—1,0 мл серной кислоты или олеума.

11. Если мениск сместился, то пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до $50 \pm 1^{\circ}\text{C}$ и производят новое определение

застывания при температуре на 4°C ниже предыдущей и т. д. до тех пор, пока при некоторой температуре мениск не перестанет смещаться.

Примечание. Если температура, при которой производилось определение, ниже минус 20°C , то перед новым определением, для предохранения прибора от повреждений вследствие сильных тепловых воздействий, пробирку с продуктом и термометром оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока продукт в пробирке не примет температуру минус 20°C , и только после этого пробирку помещают в водяную баню.

12. Если мениск не сместился, то пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до $50 \pm 1^{\circ}\text{C}$ и производят новое определение застывания при температуре на 4°C выше предыдущей и т. д. до тех пор, пока при некоторой температуре мениск не будет смещаться.

13. После нахождения границы застывания (переход от подвижности к неподвижности или наоборот) определение повторяют, понижая или повышая температуру испытания на 2°C до тех пор, пока не будет установлена такая температура, при которой мениск продукта остается неподвижным, а при повторении испытания при температуре на 2°C выше он сдвигается. Эта температура фиксируется как установленная для данного опыта.

14. Для установления температуры застывания продукта производят два параллельных испытания, начиная второе испытание с температуры на 2°C выше установленной при первом испытании.

ВИИ. УСТАНОВЛЕНИЕ ПОКАЗАНИЙ

15. За температуру застывания испытуемого нефтепродукта принимают среднее арифметическое температур, установленных при двух параллельных испытаниях, при условии расхождения между ними не более 2°C .

16. В том случае, если требуется только проверить, соответствует ли продукт по застыванию норме, установленной стандартом на него, то проверяют, смещается ли мениск этого продукта после его испытания по пп. 7—10 при температуре на 2°C выше температуры, установленной стандартом.

Замена

ГОСТ 400—64 введен взамен ГОСТ 400—41.
