

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения зольности

ГОСТ
1461—75Petroleum and petroleum products.
Method of ash testМКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт устанавливает метод определения зольности нефти и нефтепродуктов (кроме кокса, битумов, отработанных масел, присадок и смазок, содержащих графит, дисульфид молибдена, металлическую пыль и элементарную серу).

Сущность метода заключается в сжигании массы испытуемого нефтепродукта и прокаливании твердого остатка до постоянной массы.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2171—80 в части метода А.

В стандарт введен международный стандарт ИСО 6245—82.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. При определении зольности нефтепродуктов применяют:

тигли В-50, В-80, В-100, Н-50, Н-80, Н-100 и чаши 50, 80, 100, 160, 200 по ГОСТ 19908; чаши из платины, применяются при испытании продуктов, не содержащих элементов, отравляющих платину, свинец, цинк, фосфор, мышьяк, олово, сурьму, кремний и др.;

тигли низкие 5 и 6, тигли высокие 4, 5, чаши выпарительные 2, 3, 4, 5 по ГОСТ 9147; тигли и чаши фарфоровые, применяют до нарушения глазури на внутренней поверхности; плитки электрическую или песчаную баню, или колбонагреватель;

электропечи типа СНОЛ-1.6.2, 5.1/9 с электронным регулятором температуры и термопреобразователем ТХП-1489 или электропечи и средства измерения температуры другого типа, обеспечивающие нагрев и поддержание температуры (550±25) °С или (775±25) °С; в передней и задней стенках муфеля и печи должны быть отверстия, обеспечивающие прохождение воздуха;

милливольтметр с градуировкой шкалы до 1000 °С по ГОСТ 9736 в комплекте с термопарой ХА. Термопару устанавливают в муфеле так, чтобы спай ее находился в середине зоны с температурой (550±25) °С или (775±25) °С на расстоянии 10—20 мм от пода муфеля или тигельной печи;

эксикатор 2 по ГОСТ 25336;

щипцы тигельные;

подставки треугольные из хромоникелевой проволоки или фарфоровых трубок на стальном каркасе;

термометр ртутный типа ТН-2 по ГОСТ 400;

фильтры обеззоленные бумажные диаметром 9—11 см с известной массой золы одного фильтра;

асбест листовой толщиной 3—5 мм;

весы общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью взвешивания не более 0,0002 г; с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью взвешивания не более 0,01 г;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную водой в соотношении 1:4;

аммоний азотнокислый, 10 %-ный водный раствор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

толуол по ГОСТ 14710 или по ГОСТ 5789;
спирт изопропиловый.

Допускается использовать реактивы квалификации не ниже указанной в стандарте.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. В стакан помещают тигли (чаши) и заливают их разбавленной соляной кислотой, кипятят в течение нескольких минут, затем тигли ополаскивают дистиллированной водой и прокаливают в электропечи при (775 ± 25) °С в течение 10 мин, затем охлаждают в течение 5 мин на воздухе и переносят в эксикатор, не содержащий осушающего вещества. При испытании продукта, содержащего свинец, прокаливание ведут при температуре (550 ± 25) °С.

После охлаждения в эксикаторе в течение 30 мин тигель взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями (доведение до постоянной массы) не более 0,0004 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Пробу испытуемого нефтепродукта отбирают по ГОСТ 2517, хорошо перемешивают в течение 5 мин в сосуде, заполненном не более чем на 3/4 вместимости.

Нефтепродукты, вязкость которых при температуре 50 °С более 60 мм²/с (60 сСт), предварительно нагревают до 50 °С—60 °С.

При испытании пластичных смазок с поверхности испытуемой смазки шпателем снимают и отбрасывают верхний слой, затем в нескольких местах (не менее трех) берут пробы примерно в равных количествах, не вблизи стенок сосуда.

Пробы соединяют и тщательно перемешивают до однородности.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В тигель (или чашу), подготовленный по п. 2.1, помещают обеззоленный фильтр так, чтобы он плотно прилегал ко дну и стенкам тигля.

Тигель с фильтром взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и берут в него массу испытуемого нефтепродукта, поставляемого по договорно-правовым отношениям, в соответствии с табл. 1, а для народного хозяйства — табл. 1а.

Таблица 1

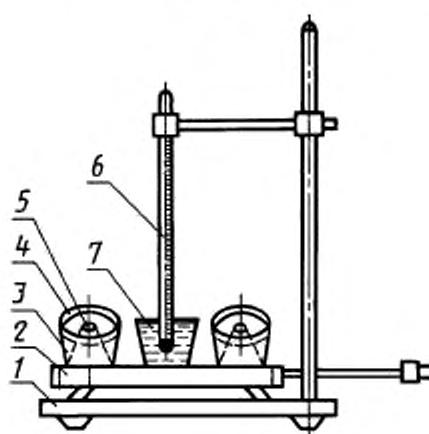
Зольность, %	Масса пробы, г	Погрешность взвешивания, г
До 0,02	100	0,1
Св. 0,02 до 0,1	20	0,1
» 0,1 » 0,5	10	0,05
» 0,5 » 2,0	5	0,02
» 2,0	1	0,005

Таблица 1а

Зольность, %	Масса пробы, г	Погрешность взвешивания, г
До 0,02	100±5	0,01
Св. 0,02 до 0,1	20±2	0,01
» 0,1 » 0,5	10±1	0,01
» 0,5 » 2,0	5±0,5	0,01
» 2,0	1±0,1	0,0002

Второй обеззоленный фильтр складывают вдвое и сворачивают в виде конуса. Верхнюю часть конуса на расстоянии 5—10 мм от верха отрезают ножницами и помещают в тигель. Свернутый в виде конуса фильтр (фитиль) опускают в тигель с нефтепродуктом основанием вниз так, чтобы он стоял устойчиво, закрывая большую часть поверхности нефтепродукта.

Общий вид установки для обезвоживания нефтепродукта



1 — штатив лабораторный; 2 — плитка электрическая; 3 — тигель фарфоровый; 4 — фильтр бумажный, плотно прилегающий к стенкам тигля; 5 — корпус из бумажного фильтра (фильтра); 6 — термометр ртутный; 7 — масло

так, чтобы нефтепродукт не выплескивался и не вытекал из тигля.

В испытуемый продукт, склонный к пенообразованию, перед нагреванием добавляют 1—2 см³ изопропилового спирта. Если пенообразование продолжается, к продукту добавляют 10 см³ смеси равных объемов толуола и изопропилового спирта, перемешивают. В смесь вводят несколько полос беззольного фильтра и поджигают их. При горении удаляется большая часть воды.

При перетекании анализируемого продукта через края тигля испытание повторяют.

Допускается проводить испытание без фильтра.

3.4. Тигель с углистым остатком переносят в электропечь, нагретую не выше 300 °С, постепенно нагревают до (775±25) °С и выдерживают при этой температуре до полного озления остатка.

Если углистый остаток озоляется медленно или после озления наблюдается наличие углистых частиц, остаток в тигле охлаждают и обрабатывают несколькими каплями раствора азотнокислого аммония, затем осторожно выпаривают и продолжают прокаливание.

Допускается помещать тигли в электропечь, нагретую до (550±25) °С или (775±25) °С, и выдерживать углистый остаток при этой температуре до полного озления остатка.

3.3, 3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. После озления тигель вынимают из электропечи, переносят на асбест или треугольную подставку из хромоникелевой проволоки или из фарфоровых трубок на стальном каркасе и охлаждают в течение 5 мин на воздухе, а затем в экскаваторе в течение 30 мин, взвешивают и снова переносят в муфель или тигельную печь на 30 мин.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения постоянной массы по п. 2.1. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Высоковязкие нефтепродукты и пластичные смазки перед опусканием фитиля расплавляют.

Если в технических требованиях на нефтепродукты предусмотрено выпаривание, то испытуемый нефтепродукт помещают в тигель без фильтров.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. При испытании нефтепродуктов, содержащих воду, тигель с нефтепродуктом и фитилем устанавливают на электроплитку и нагревают в течение 10—30 мин при температуре не выше 120 °С до прекращения легкого вспенивания на поверхности нефтепродукта и пропитки фитиля нефтепродуктом в такой степени, чтобы его можно было поджечь. Температуру во время обезвоживания измеряют при помощи термометра, опущенного в тигель с нефтепродуктом (см. чертеж), не содержащим воду и имеющим температуру вспышки выше 250 °С.

3.3. После того, как фильтр пропитается испытуемым нефтепродуктом, его поджигают. Высоковязкие и парафинистые нефтепродукты, масла с присадками и консистентные смазки одновременно с сжиганием подогревают на электроплитке.

Тигель с нефтепродуктом, в котором предусмотрено выпаривание, ставят на электроплитку и нагревают.

Выпаривание или сжигание нефтепродукта проводят до получения сухого углистого остатка. Во время выпаривания и в начале сжигания подогрев регулируют

так, чтобы нефтепродукт не выплескивался и не вытекал из тигля. При горении пламя должно быть

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Зольность испытуемого продукта (λ) в процентах вычисляют по формуле

$$\lambda = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m — масса испытуемого продукта, г;

m_1 — масса золы, г;

m_2 — масса золы двух бумажных фильтров (масса золы фильтра указана на упаковке фильтра), г.

П р и м е ч а н и е. При выпаривании m_2 не учитывают.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений. Записывают результат с точностью 0,001 % для образцов с зольностью до 0,2 % и с точностью 0,01 % — для образцов с зольностью выше 0,2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2; 4.3. (Исключены, Изм. № 1).

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. С х о д и м о с т ь

5.1.1. Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 2.

5.1.2. Для пластичных смазок допускаемые расхождения двух параллельных определений не должны превышать 10 % относительно среднеарифметического сравнительных результатов.

5.1.3. Зольность продукта до 0,002 % включительно оценивается как ее отсутствие.

5.1—5.1.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. В о с п р о и з в о д и м о с т ь

5.2.1. Два результата испытаний, полученные разными исполнителями в двух лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Зольность, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
До 0,005	0,0005	0,002
Св. 0,005 * 0,010	0,001	0,004
* 0,010 * 0,079	0,003	0,005
* 0,079 * 0,180	0,006	0,024
* 0,18 * 0,50	0,03	0,10
* 0,50 * 1,00	0,05	0,20
* 1,0	4 % среднеарифметического значения	10 % среднеарифметического значения

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.06.75 № 1933
3. ВЗАМЕН ГОСТ 1461-59
4. Соответствует СТ СЭВ 2171-80 в части метода А
5. В стандарт введен международный стандарт ИСО 6245-82
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 400-80	1.1
ГОСТ 2517-85	2.2
ГОСТ 3118-77	1.1
ГОСТ 5789-78	1.1
ГОСТ 6709-72	1.1
ГОСТ 9147-80	1.1
ГОСТ 9736-91	1.1
ГОСТ 14710-78	1.1
ГОСТ 19908-90	1.1
ГОСТ 25336-82	1.1

7. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)
8. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1981 г., марте 1984 г., сентябре 1988 г. (ИУС 2-82, 7-84, 1-89)