ГОСТ 12417—94
(ИСО 3987—80)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения сульфатной золы

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти (ВНИИ НП), МТК 31

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 3987—80 «Нефтепродукты. Смазочные масла и присадки. Определение сульфатной золы» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики страны

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 28 марта 1995 г. № 169 межгосударственный стандарт ГОСТ 12417—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 12417—73

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2001 г.

© Издательство стандартов, 1995

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения сульфатной золы

Petroleum products.
Methods for determination of sulphated ash

Дата введения 1996—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли сульфатной золы не менее 0,005 % в товарных смазочных маслах с присадками и в присадках, применяемых при компаундировании. Присадки могут содержать один или несколько металлов (барий, кальций, магний, цинк, калий, натрий и олово). Элементы сера, фосфор и хлор могут присутствовать в соединении. Метод применяется также для масел с беззольными присадками при массовой доле сульфатной золы ниже 0,02 % и для других нефтепродуктов (см. 1.2, примечания 1 и 2).

1.2 Показатель «сульфатная зола» может быть использован для оценки содержания известных металлосодержащих присадок в маслах.

При отсутствии фосфора барий, кальций, магний, калий и натрий превращаются в соответствующие сульфаты, а олово (IV) и цинк — в оксиды (см. примечание 3). Сера и хлор не влияют на определение, фосфор в присутствии металлов остается частично или полностью в сульфатной золе в виде фосфатов металлов.

Примечания

1 Этот метод не рекомендуется для анализа отработанных моторных масел, содержащих свинец, и смазочных масел без присадок.

2 Предполагается, что магний в этом испытании вступает в реакцию не так, как другие металлы, в том числе щелочные. Если присутствуют присадки, содержащие магний, данные следует использовать с осторожностью.

3 Так как превращение сульфата цинка в оксид происходит медленно при температуре воспламенения, указанной в этом методе, пробы, содержащие цинк, могут давать неодинаковые результаты.

Дополнения, отражающие потребности экономики страны, выделены курсивом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия

ГОСТ 8463—76 Масло С—220. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 14710—78 Толуол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и пробки из прозрачного кварцевого стекла. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное
★

3 Определение

В настоящем стандарте применяют следующий термин:

сульфатная зола: Остаток после карбонизации образца, обработанный серной кислотой и прокаленный до постоянной массы.

4 Сущность метода

Массу сжигают до углистого остатка. После охлаждения остаток обрабатывают концентрированной серной кислотой и прокаливают при 775°С до полного окисления углерода. Затем золу охлаждают, обрабатывают разбавленной серной кислотой и прокаливают при 775 °С до постоянной массы.

5 Материалы и реактивы

Применяют реактивы ч.д.а. и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Масло малозольное минеральное светлое с массовой долей сульфатной золы ниже 0,005 %.

Примечание. Сульфатную золу определяют согласно разд. 8, используя 100 г светлого масла, взвешенного с погрешностью не более 0,5 г в платиновой чашке вместимостью 120—150 см^3. Вычитают результаты контрольного испытания с серной кислотой, как указано в 8.11.

5.2 Кислота серная (H_2SO_4), ρ = 1,84 г/см^3, концентрированная.

Предупреждение. Серная кислота обладает сильным разъедающим действием и имеет высокую теплоту гидратации. При работе с ней необходимо носить защитную одежду, включая перчатки и маску для лица.

5.3 Кислота серная (1 + 1) — раствор, приготовленный медленным добавлением одного объема концентрированной серной кислоты (5.2) к одному объему воды.

Допускается использовать:

кислоту серную по ГОСТ 4204, ч.д.а. и раствор 1 : 1.

воду дистиллированную с pH 5,4—6,6;

спирт изопропиловый по ГОСТ 9805;

толуол по ГОСТ 14710 или ГОСТ 5789;

масло С-220 по ГОСТ 8463 или масло минеральное светлое с массовой долей золы не более 0,001 %.

6 Аппаратура

6.1 Чашка выпарительная или тигель из фарфора, кварцевого стекла или платины вместимостью от 50 до 100 см^3. Для образцов с массовой долей сульфатной золы ниже 0,02 %, за исключением образцов, содержащих элементы, вступающие в реакцию с платиной, рекомендуется применять платиновую выпарительную чашку или тигель вместимостью от 20 до 150 см^3.

Примечание — Платиновый сосуд применять не рекомендуется, если образец содержит фосфор, свинец, цинк, мышьяк, олово, сурьму, кремний и др., которые могут воздействовать на платину в условиях испытания.

Допускается использовать:

тигли Н-50, Н-80, Н-100 или чаши 50, 80, 100 и 160 по ГОСТ 19908, или тигли № 5 и 6, или чаши выпарительные № 2, 3, 4 по ГОСТ 9147.

6.2 Электропечь муфельная, температуру которой нужно поддерживать (775 ± 25) °С. Желательно, чтобы в передней и задней стенках печи были отверстия для обеспечения медленного и постоянного воздухообмена внутри печи.

Допускается использовать:

муфельную электропечь с температурой нагрева от 200 до 800 °С, обеспечивающую температуру (775 ± 25) °С терморегулятором или реостатом.

Температуру в муфельной печи измеряют при помощи термопары милливольтметра с градуировкой шкалы до 1000 °С или другим способом, обеспечивающим требуемую точность.

Термопару устанавливают в муфельной печи так, чтобы горячий спай ее находился в середине зоны с устойчивой температурой (775 ± 25) °С на расстоянии 10—20 мм от пода муфельной печи.

6.3 *Плитка электрическая с закрытой спиралью или колбонагреватель, или баня песчаная.*

6.4 *Щипцы тигельные.*

6.5 *Весы лабораторные пределом взвешивания до 200 г с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.*

6.6 *Эксикатор по ГОСТ 25336.*

7 Отбор проб

Образцы для определения сульфатной золы следует отбирать по ГОСТ 2517.

Пробу хорошо перемешивают встряхиванием или механической мешалкой в течение 5 мин в сосуде, заполненном не более чем на $^3/_4$ объема.

Нефтепродукты, вязкость которых при температуре 50 °С превышает 60 мм^2/с (60 сСт), предварительно нагревают до 50—60 °С.

При испытании пластичных смазок с поверхности испытуемого образца 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.

8 Методика определения

8.1 Размер выпарительной чашки или тигля выбирают в соответствии с массой анализируемой пробы (8.3).

8.2 Выпарительную чашку или тигель прокаливают в муфельной печи (6.2) при температуре (775 ± 25) °С в течение 10 мин. Охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г.

Допускается все взвешивания проводить с погрешностью не более 0,0002 г.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г.

Примечание — Эксикатор, в котором охлаждается чашка, не должен содержать осушающего вещества.

8.3 Взвешивают в чашке с погрешностью не более 0,0001 г необходимую массу образца в соответствии с предлагаемой массовой долей сульфатной золы, рассчитанную по формуле

$$m_1 = \frac{10}{m_0},$$

где m_0 — предполагаемая массовая доля сульфатной золы, %.

m_1 — масса испытуемого образца, г.

Не рекомендуется брать для испытания образец массой более 80 г.

При испытании присадок к смазочным маслам, содержащим более 2 % сульфатной золы, взвешенный образец разбавляют в чашке приблизительно 10-кратной массой малозольного минерального масла (5.1).

Примечание — Если полученная массовая доля сульфатной золы отличается от предполагаемой более чем в два раза, анализ повторяют, используя массу образца, отличающуюся от рассчитанной во время первого анализа.

8.4 Выпарительную чашку или тигель и массу образца осторожно нагревают на горячей плитке или над газовой горелкой, избегая выплескивания, пока содержимое не воспламенится при контакте с пламенем. Поддерживают температуру на таком уровне, чтобы горение пробы продолжалось при постоянной умеренной скорости. Когда горение прекратится, продолжают нагревание до тех пор, пока не будет больше выделяться дым или копоть.

Примечание — Если в пробе содержится такое количество влаги, которое вызывает вспенивание и потерю вещества из выпарительной чашки, пробу отбрасывают и к новой пробе перед нагреванием добавляют 1—2 см^3 99 %-ного (по объему) пропанола-2. Если этого недостаточно, добавляют 10 см^3 смеси равных объемов

толуола и пропанола-2 (изопропилового спирта) и тщательно перемешивают. В смесь помещают несколько полосок беззольной фильтровальной бумаги и нагревают. Когда бумага начнет гореть, большая часть воды удаляется.

8.5 Охлаждают чашку до комнатной температуры, затем остаток полностью смачивают, добавляя по каплям концентрированную серную кислоту (5.2). Осторожно нагревают чашку на плитке или газовой горелке, избегая выплескивания, и продолжают нагревать до прекращения выделения дыма.

8.6 Чашку помещают в печь, температура которой (775 ± 25) °С, и продолжают нагревать до полного или почти полного окисления углерода (*до 1 ч*).

8.7 Чашку охлаждают до комнатной температуры, добавляют 3 капли воды и 10 капель раствора серной кислоты (п. 5.3) так, чтобы смочить весь остаток. Чашку нагревают снова, как указано в п. 8.5.

8.8 Чашку помещают в печь при температуре (775 ± 25) °С и прокаливают при этой температуре 30 мин. Охлаждают чашку до комнатной температуры в эксикаторе (см. примечание к п. 8.2).

Примечание — Диалкил — или алкарилдитиофосфаты цинка — и смеси, содержащие эти присадки, могут давать остаток, который остается частично черным на этой стадии. В этом случае повторяют операции, указанные в 8.7 и 8.8, пока не будет получен белый остаток.

8.9. Остаток в чашке взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г.

8.10 Повторяют операции, указанные в 8.8 и 8.9, до тех пор, пока расхождение результатов двух последовательных взвешиваний не будет превышать 0,001 г.

Примечание — Обычно достаточно двух периодов нагревания, за исключением тех случаев, когда содержится цинк; в этом случае могут потребоваться три или четыре периода нагревания.

8.11 Если предполагается, что массовая доля сульфатной золы в образцах составляет 0,2 % или менее, проводят контрольный опыт с серной кислотой, добавляя 1 см^3 концентрированной серной кислоты (5.2) в тарированную платиновую чашку или тигель, нагревая до прекращения выделения паров, после чего нагревают в печи при температуре (775 ± 25) °С в течение 30 мин.

Чашку или тигель охлаждают до комнатной температуры в соответствующем сосуде (см. примечание к 8.2) и взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г. Если в серной кислоте обнаруживают золу, общую массу сульфатной золы получают вычитанием массы золы серной кислоты, определяемой по общему объему использованной во время испытания серной кислоты, и массы золы, установленной во время контрольного опыта, из общей массы сульфатной золы для навески.

Используют эту скорректированную массу m_2 при расчете массовой доли сульфатной золы.

9 Выражение результатов

9.1 Метод расчета

Массовую долю сульфатной золы исходного образца вычисляют по формуле

$$\frac{m_2}{m_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса продукта, г;

m_2 — масса золы, г.

Результат выражают для образцов с массовой долей сульфатной золы ниже 0,02 % с точностью до 0,001 %, для образцов с большей массовой долей сульфатной золы — с точностью до 0,01 %.

9.2 Точность метода

Точность метода в соответствии со статистическим анализом результатов межлабораторных испытаний указана в 9.2.1—9.2.3.

9.2.1 Сходимость

Два результата определений, полученные одним исполнителем на одной и той же аппаратуре, в идентичных условиях, одного и того же исследуемого продукта, в полном соответствии с

методикой, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними превышает только в одном случае из двадцати следующее значение:

$$0{,}047\ X^{0{,}85},$$

где X — среднее арифметическое двух результатов определений, выраженное как массовая доля сульфатной золы.

9.2.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, разными исполнителями, одного и того же исследуемого продукта во время проведения целой серии испытаний, в полном соответствии с методикой, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними превышает только в одном случае из двадцати следующее значение:

$$0{,}189\ X^{0{,}85},$$

где X — среднее арифметическое двух результатов испытаний, выраженное как массовая доля сульфатной золы.

9.2.3 Значения по образцам, рассчитанные в соответствии с 9.2.1 и 9.2.2, приведены в таблице.

Массовая доля сульфатной золы, %	Сходимость	Воспроизводимость	Массовая доля сульфатной золы, %	Сходимость	Воспроизводимость
0,005	0,0005	0,002	1,0	0,047	0,189
0,01	0,0009	0,004	10,0	0,33	1,34
0,05	0,0037	0,015	20,0	0,60	2,4
0,1	0,006	0,027	30,0	0,85	3,4
0,5	0,026	0,105	40,0	1,1	4,3

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

1) тип и идентификация испытуемого продукта;
2) ссылку на данный стандарт;
3) результат испытания (см. 9.1);
4) любое отклонение по соглашению или по другим документам от установленной методики;
5) дату испытания.

УДК 665.6.001.4 : 006.354 МКС 75.100 Б99 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: нефтепродукты, метод определения, сульфатная зола, дистиллированная вода, масло минеральное, кислота серная, спирт изопропиловый, толуол, чашка выпарительная, тигли, электропечь, термопара, плитка, весы, эксикатор

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 13.12.2001. Подписано в печать 27.12.2001. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,67.
Тираж 162 экз. С 3254. Зак. 5.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов