
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 6245—
2016

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение содержания золы

(ISO 6245:2001, Petroleum products — Determination of ash, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 августа 2016 г. № 90-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2017 г. № 253-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6245—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6245:2001 «Нефтепродукты. Определение золы» («Petroleum products — Determination of ash», IDT).

Стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазки» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2001 — Все права сохраняются
© Стандартиформ, оформление, 2017, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

| | |
|--|---|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Сущность метода | 2 |
| 4 Реактивы и материалы | 2 |
| 5 Аппаратура | 2 |
| 6 Отбор проб | 2 |
| 7 Подготовка образца | 2 |
| 8 Проведение испытания | 3 |
| 9 Вычисление | 4 |
| 10 Оформление результатов | 4 |
| 11 Прецизионность | 4 |
| 12 Протокол испытания | 5 |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам | 6 |

Поправка к ГОСТ ISO 6245—2016 Нефть и нефтепродукты. Определение содержания золы

| В каком месте | Напечатано | Должно быть | | |
|-----------------------------------|------------|-------------|----|------------|
| Предисловие. Таблица согласования | — | Азербайджан | AZ | Азстандарт |

(ИУС № 9 2023 г.)

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение содержания золы

Petroleum and petroleum products. Determination of ash content

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания золы в сырой нефти и нефтепродуктах (дистиллятных и остаточных топливах, смазочных маслах, парафинах и других нефтепродуктах), в которых присутствующие золообразующие компоненты обычно рассматриваются как нежелательные примеси или загрязняющие вещества. Зола может образовываться из-за наличия нефтерастворимых или водорастворимых соединений металлов или твердых частиц, таких как грязь или ржавчина.

1.2 Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты, содержащие золу в диапазоне от 0,001 % масс. до 0,180 % масс., но не распространяется на нефтепродукты, содержащие зольные присадки, такие как некоторые соединения фосфора.

Содержание золы в неиспользованных и отработанных смазочных маслах, содержащих присадки, в отработанных моторных маслах, в смазочных маслах, содержащих свинец, или в углеводородных дизельных топливах определяют по ISO 3987, предусматривающему стадию получения сульфатной золы с более высокой температурой плавления.

Примечание 1 — Для целей настоящего стандарта используют термин «% масс.» для представления массовой доли вещества.

Примечание 2 — Для некоторых типов образцов результаты испытания могут не обеспечивать точное количественное определение всех металлических соединений, которые образуют золу. Некоторые неиспользованные смазочные масла и дистиллятные топлива содержат неорганические присадки с низкой молекулярной массой металла (например, натрий, калий), в которых оксид металла может возгоняться при более низких температурах, чем температуры, установленные в настоящем методе испытания.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 3170:1998¹⁾, Petroleum liquids — Manual sampling (Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб)

ISO 3171:1998, Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling (Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов)

ISO 4259:1992²⁾, Petroleum products — Determination and application of precision data in relation to methods of test (Нефтепродукты. Определение и применение показателей прецизионности в методах испытаний)

ISO 5272:1979, Toluene for industrial use — Specifications (Толуол для промышленного использования. Технические требования)

¹⁾ Заменен на ISO 3170:2004.

²⁾ Заменен на ISO 4259-1:2017 и ISO 4259-2:2017.

3 Сущность метода

Образец для испытания, находящийся в специальной емкости, сжигают до образования золы и сажи (углеродистого остатка). Образовавшийся остаток прокаливают в муфельной печи при температуре 775 °С до полного озоления, затем охлаждают и взвешивают.

4 Реактивы и материалы

- 4.1 Изопропанол с чистотой не менее 99 %.
- 4.2 Толуол, соответствующий требованиям ISO 5272, класса В.
- 4.3 Фильтровальная беззольная бумага.

5 Аппаратура

5.1 Емкость для выпаривания

Чашка или тигель из платины, оксида кремния или фарфора вместимостью от 50 до 150 см³.

Примечание 3 — Можно использовать корундовые емкости. Использование емкостей из других материалов может привести к загрязнению золы.

5.2 Муфельная печь

Электрическая печь, обеспечивающая поддержание температуры на уровне (775 ± 25) °С. Можно использовать печь с ручным регулированием температуры и отверстиями в передней и задней стенке для обеспечения естественной вентиляции воздуха или печь с программируемым регулированием температуры и потока воздуха.

5.3 Охлаждающая емкость

Закрытая емкость соответствующей вместимости, не содержащая осушитель.

5.4 Аналитические весы

Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

5.5 Мешалка

Мешалка неаэрирующая, высокоскоростная, с высоким напряжением сдвига.

5.6 Горелка

Газовая горелка Мекера или Бунзена или равноценная.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ISO 3170 или ISO 3171.

7 Подготовка образца

7.1 Общие положения

Перед перемещением испытуемой пробы в емкость для выпаривания (5.1) необходимо обеспечить однородность образца в контейнере, используя процедуры, описанные в 7.2 или 7.3.

7.2 Маловязкие образцы

Маловязкие образцы перемешивают для равномерного распределения в них твердых частиц, таких как катализаторная пыль, продукты коррозии или механические примеси. Увеличивают интенсивность перемешивания до достижения визуальной однородности образца. Процедура перемешивания с минимальной интенсивностью предполагает ручное или механическое встряхивание в течение 10 мин. Эту процедуру повторяют несколько раз, увеличивая время перемешивания. Если повторное или более длительное встряхивание не обеспечивает однородность, то для достижения однородности

образца используют мешалку (5.5) в течение минимального времени. Если при этом невозможно получить однородный образец, то его отбраковывают и отбирают новый образец.

7.3 Вязкие или твердые образцы

Образцы, которые при температуре окружающей среды находятся в вязком, полутвердом и твердом состоянии, нагревают, пока они не будут достаточно текучими для перемешивания по 7.2 (см. примечание 4). При необходимости нагревания образца выше 90 °С принимают необходимые меры предосторожности, поскольку вода, содержащаяся в образце, может закипеть, вызывая разбрызгивание или вспенивание. Используют защитные очки и перчатки. Для нагревания контейнера с образцом используют печь или баню с горячей водой. Первая процедура перемешивания с минимальной интенсивностью предполагает перемешивание стержнем, который должен достигать дна контейнера.

Примечание 4 — Для получения необходимой степени текучести образца для перемешивания, как правило, требуется температура не менее чем на 5 °С выше температуры застывания испытуемого образца.

8 Проведение испытания

8.1 Выбирают емкость для выпаривания (5.1) достаточной вместимости для размещения необходимого объема испытуемого образца в соответствии с предполагаемым содержанием золы (см. 8.3).

8.2 Нагревают емкость для выпаривания в муфельной печи (5.2) при температуре от 700 °С до 800 °С в течение 10 мин. Охлаждают до температуры окружающей среды в охлаждающем сосуде и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Повторяют процедуры нагревания и взвешивания, пока результаты последовательных взвешиваний будут отличаться не более чем на 0,5 мг. Взвешивают емкости для выпаривания сразу после их охлаждения до температуры окружающей среды в охлаждающем сосуде или через равные интервалы времени после удаления из печи.

8.3 Для получения до 20 мг золы выбирают по таблице 1 массу испытуемого образца не более 100 г и помещают образец в емкость для выпаривания. Для получения достаточного количества золы из образцов большей массы, которые требуют более одной стадии сжигания, определяют массу образца по разности между начальной и конечной массами емкости, содержащей гомогенизированный образец, с точностью до 0,1 мг.

8.4 Нагревают емкость для выпаривания с испытуемым образцом до тех пор, пока образец не воспламенится при поднесении пламени к поверхности жидкости. Если используют платиновую емкость, не допускают ее контакта с пламенем газовой горелки из-за возможной потери массы. Поддерживают температуру, обеспечивающую сжигание испытуемого образца с постоянной и умеренной скоростью, оставляя после сжигания только золу и сажу.

Таблица 1 — Масса образца для испытания

| Предполагаемое содержание золы, % масс. | Масса испытуемого образца, г | Масса золы, мг |
|---|------------------------------|----------------|
| 0,18 | 10 | 20 |
| 0,10 | 20 | 20 |
| 0,05 | 40 | 20 |
| 0,04 | 50 | 20 |
| 0,02 | 100 | 10 |
| 0,01 | 100 | 10 |
| 0,001 | 100 | 1 |

8.5 Образцы сжигают только в присутствии лаборанта. Если испытуемый образец содержит такое количество влаги, которое вызывает вспенивание или разбрызгивание и потерю образца, то испытание прекращают. Ко второй порции образца перед нагревом добавляют от 1 до 2 см³ изопропанола (4.1). Если это не приводит к удовлетворительному результату, то к третьей порции испытуемого образца добавляют 10 см³ смеси толуола (4.2) и изопропанола в равных объемах и тщательно перемешивают. В образовавшуюся смесь помещают несколько полосок фильтровальной бумаги (4.3) и нагревают. При сгорании бумаги удаляется большая часть воды. В качестве альтернативы добавляют порциями от 2 до 3 см³ смеси толуола/изопропанола к испытуемой пробе, нагревая ее между добавлениями, пока вода не будет удалена.

8.6 Некоторые образцы после сжигания требуют дополнительного нагрева для превращения остатка только в сажу и золу. Это возникает, когда образцы тяжелых нефтепродуктов, например остаточных топлив, образуют корку на поверхности не полностью сгоревшего материала. Корку следует разрушить стеклянной палочкой и часть пробы, оставшейся на палочке, возвращают в емкость для выпаривания, вытирая палочку полоской фильтровальной бумаги. Фильтровальную бумагу помещают затем в тигель. Продолжают сжигание испытуемой пробы, пока не останется только сажа и зола.

8.7 Лаборант должен принять меры предосторожности, если проба тяжелого нефтепродукта в емкости для выпаривания проявляет склонность к вспениванию. Ни испытуемая проба, ни емкость для выпаривания не должны нагреваться до красного каления, а высота пламени не должна быть выше края чашки или тигля. И то и другое приводит к перегреву остатка пробы и значительным потерям золы.

8.8 Нагревают остаток пробы в муфельной печи при температуре $(775 \pm 25)^\circ\text{C}$ до полного сгорания углеводородного материала. Охлаждают емкость для выпаривания до температуры окружающей среды в охлаждающем сосуде и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

8.9 Повторно нагревают емкость для выпаривания при температуре $(775 \pm 25)^\circ\text{C}$ в течение 20—30 мин, затем охлаждают в охлаждающем сосуде до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Процедуры нагрева и взвешивания повторяют, пока результаты последовательных взвешиваний будут различаться не более чем на 0,5 мг.

9 Вычисление

Вычисляют содержание золы A в процентах по массе испытуемого образца по формуле

$$A = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса золы, г;

m_0 — масса испытуемого образца, г.

10 Оформление результатов

Записывают результат с точностью до 0,001 % масс.

11 Прецизионность

11.1 Показатели прецизионности, определенные статистической обработкой результатов межлабораторных сравнительных испытаний в соответствии с ISO 4259, приведены в 11.2 и 11.3.

11.2 Повторяемость r

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

11.3 Воспроизводимость R

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в различных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2 — Значения прецизионности

| Содержание золы | Повторяемость | В процентах по массе |
|--------------------------|---------------|----------------------|
| | | Воспроизводимость |
| От 0,001 до 0,079 включ. | 0,003 | 0,005 |
| От 0,080 до 0,180 включ. | 0,007 | 0,024 |

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- a) обозначение настоящего стандарта;
- b) тип и полную идентификацию испытываемого продукта;
- c) результат испытания (см. раздел 10);
- d) любое отклонение по согласованию или иным образом от установленной процедуры;
- e) дату проведения испытания.

Приложение ДА
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов
межгосударственным стандартам**

Таблица ДА. 1

| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
|---|----------------------|---|
| ISO 3170:1988 | — | * |
| ISO 3171:1988 | — | * |
| ISO 4259:1992 | — | * |
| ISO 5272:1979 | — | * |
| * Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. | | |

УДК 665.61+665.71:543.632.22:006.354

МКС 75.160.20

Ключевые слова: нефть и нефтепродукты, определение содержания золы

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *С.В. Сухарева*

Сдано в набор 26.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Поправка к ГОСТ ISO 6245—2016 Нефть и нефтепродукты. Определение содержания золы

| В каком месте | Напечатано | Должно быть | | |
|-----------------------------------|------------|-------------|----|------------|
| Предисловие. Таблица согласования | — | Азербайджан | AZ | Азстандарт |

(ИУС № 9 2023 г.)