МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 3987— 2013

НЕФТЕПРОДУКТЫ. СМАЗОЧНЫЕ МАСЛА И ПРИСАДКИ

Определение содержания сульфатной золы

(ISO 3987:2010, Petroleum products — Determination of sulfated ash in lubricating oils and additives, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

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 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 5 ноября 2013 г. № 61-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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 701-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3987—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3987:2010 «Нефтепродукты. определение сульфатной золы в смазочных маслах и присадках» («Petroleum products — Determination of sulphated ash in lubricating oils and additives», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ТС 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы» 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, 2010 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ. СМАЗОЧНЫЕ МАСЛА И ПРИСАДКИ

Определение содержания сульфатной золы

Petroleum Products. Lubricating oils and additives.
Determination of sulphated ash

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания сульфатной золы в процентах по массе в новых смазочных маслах с присадками и присадках, применяемых при компаундировании. Присадки могут содержать один или несколько металлов: барий, кальций, магний, цинк, калий, натрий и олово. Также в комбинированной форме могут присутствовать соединения серы, фосфора и хлора.

Для масел с беззольными присадками с содержанием сульфатной золы не более 0,02 % масс. применение настоящего метода ограничено. Нижний предел применимости настоящего метода составляет 0,005 % масс. сульфатной золы.

Примечание 1 — Для целей настоящего стандарта термины «% масс.» и «% об.» используют для представления массовой доли и объемной доли вещества соответственно.

Настоящий стандарт не распространяется на отработанные моторные масла, содержащие свинец, и смазочные масла без присадок, которые испытывают по стандарту [1].

Примечание 2 — Установлено, что в настоящем методе магний вступает в реакцию не так, как щелочные металлы. При наличии присадок, содержащих магний, рекомендуется осторожно интерпретировать результаты.

Примечание 3 — Установлено, что образцы, содержащие молибден, могут иметь низкие результаты, поскольку соединения молибдена не полностью восстанавливаются при температуре озоления.

Содержание сульфатной золы можно использовать для оценки концентрации известных металлосодержащих присадок в новых смазочных маслах. Барий, кальций, магний, натрий и калий превращаются в соответствующие сульфаты, а олово (IV) и цинк при отсутствии фосфора — в окислы.

Примечание 4 — Поскольку сульфат цинка при установленной в настоящем методе испытания температуре прокаливания медленно превращается в окись, образцы, содержащие цинк, могут давать неодинаковые результаты до полного превращения сульфата цинка в окись.

Сера и хлор не влияют на определение, фосфор в присутствии металлов полностью или частично остается в сульфатной золе в виде фосфатов металлов.

Примечание 5 — Установлено, что прецизионность метода определения метиловых эфиров жирных кислот (FAME) по стандартам [2] и [3] соответствует требованиям настоящего стандарта.

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, Petroleum liquids — Manual sampling (Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб)

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

Издание официальное

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для аналитического лабораторного использования. Спецификации и методы испытаний)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **сульфатная зола** (sulfated ash): Остаток образца смазочного масла после карбонизации, обработанный серной кислотой и прокаленный до постоянной массы.

4 Сущность метода

Образец нового смазочного масла сжигают до золы и сажи. После охлаждения обрабатывают остаток серной кислотой и прокаливают при температуре 775 °С до полного окисления углерода. Затем охлаждают, повторно обрабатывают серной кислотой и прокаливают при температуре 775 °С до постоянной массы и вычисляют содержание полученной сульфатной золы в массовых процентах.

5 Реактивы

В настоящем методе испытания используют реактивы квалификации х. ч. и воду класса 3 по ISO 3696.

5.1 Малозольное минеральное масло

Светлое масло с содержанием сульфатной золы ниже предела, определяемого по данному стандарту.

Сульфатную золу такого масла определяют по методу, указанному в разделе 8, с использованием 100 г светлого масла, взвешенного с точностью до 0,5 г в платиновой чашке вместимостью 120—150 $см^3$. Вычитают результаты холостого опыта с серной кислотой, как указано в 8.11.

5.2 Серная кислота (H_2SO_4) концентрированная чистотой не менее 98 %.

Предупреждение — Серная кислота обладает сильным разъедающим действием и имеет высокую теплоту гидратации. При работе с этой кислотой аналитик должен использовать защитную одежду, перчатки и маску для лица.

5.3 Серная кислота, раствор в соотношении 1:1

К одному объему воды медленно добавляют один объем концентрированной серной кислоты (5.2).

Предупреждение — При смешивании серной кислоты с водой выделяется значительное количество тепла. Перед добавлением дополнительного количества кислоты охлаждают раствор, если это необходимо. Не допускают кипения раствора. Никогда не добавляют воду в кислоту.

5.4 2-Пропанол чистотой не менее 99 %.

Предупреждение — 2-Пропанол является огнеопасным и может быть взрывоопасным после выпаривания до сухого остатка.

5.5 Толуол чистотой не менее 99 %.

Предупреждение — Толуол является огнеопасным и токсичным.

6 Аппаратура

6.1 Чашка для образца или тигель из фарфора, кварцевого стекла или платины вместимостью от 50 до 100 $см^3$. Для образцов с содержанием сульфатной золы не более 0,2 % масс. используют платиновую чашку или тигель вместимостью от 120 до 150 $см^3$. Не используют платиновую чашку, если известно, что образец содержит фосфор, который может воздействовать на платину.

6.2 Электрическая муфельная печь, обеспечивающая поддержание температуры (775 ± 25) °С, и желательно с отверстиями на передней и задней стенках для обеспечения медленного и постоянного воздухообмена в печи.

6.3 Весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

6.4 Эксикатор — охлаждающий контейнер без осушителя.

6.5 Фильтровальная бумага с содержанием золы не более 0,01 % масс.

7 Отбор проб

Пробы отбирают по ISO 3170, ISO 3171 или эквивалентным национальным стандартам. Пробу тщательно перемешивают перед отбором образца для испытания.

8 Проведение испытания

8.1 Выбирают чашку или тигель (6.1) вместимостью, соответствующей необходимой массе образца (8.3).

8.2 Прокаливают чашку или тигель в печи (6.2) при температуре 775 °С не менее 10 мин. Охлаждают в эксикаторе (6.4) до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

8.3 Помещают в чашку необходимую массу испытуемого образца с точностью до 0,1 мг, вычисленную по формуле

$$m_1 = \frac{10}{m_0}, \quad (1)$$

где m_0 — предполагаемая массовая доля сульфатной золы, %;

m_1 — масса испытуемой пробы, г.

Рекомендуется отбирать для испытаний образец массой не более 80 г. При испытании присадок к смазочным маслам, содержащим не менее 2,00 % масс. сульфатной золы, взвешенный образец разбавляют примерно 10-кратной массой малозольного минерального масла (5.1).

Если полученное содержание сульфатной золы отличается от предполагаемого более чем в два раза, повторяют анализ, используя массу испытуемого образца с учетом результата первого анализа.

8.4 Осторожно нагревают чашку или тигель с образцом над газовой горелкой, пока содержимое не воспламенится при контакте с пламенем. Поддерживают температуру, обеспечивающую постоянную равномерную скорость горения. После прекращения горения продолжают нагревание до образования дыма или копоти.

Если образец содержит влагу в количестве, вызывающем вспенивание и потерю вещества из чашки, образец утилизируют и перед нагреванием к новому образцу добавляют от 1 до 2 $см^3$ 2-пропанола (5.4). Если этого недостаточно, добавляют 10 $см^3$ смеси равных объемов толуола (5.5) и 2-пропанола (5.4) и тщательно перемешивают. Помещают в смесь несколько полосок беззольной фильтровальной бумаги (6.5) и нагревают. После сгорания бумаги большая часть воды испаряется.

8.5 Охлаждают чашку с содержимым до температуры окружающей среды, затем остаток полностью смачивают, добавляя по каплям концентрированную серную кислоту (5.2). Осторожно нагревают чашку на горячей плитке или газовой горелке, предотвращая выплескивание, до прекращения выделения дыма.

8.6 Помещают чашку в печь (6.2) при температуре 775 °С и продолжают нагревание до полного или почти полного окисления углерода.

8.7 Охлаждают чашку до температуры окружающей среды. Добавляют три капли воды и 10 капель раствора серной кислоты (5.3) так, чтобы смочить весь остаток. Снова нагревают чашку, как указано в 8.5.

8.8 Помещают чашку в печь (6.2) при температуре 775 °С и прокаливают при этой температуре в течение 30 мин. Охлаждают чашку до температуры окружающей среды в эксикаторе (6.4).

Если на этой стадии образуется почерневший остаток диалкила цинка или алкарил дитиофосфатов цинка и смесей, содержащих эти присадки, повторяют процедуры по 8.7 и 8.8 до получения белого остатка.

8.9 Взвешивают (6.3) чашку и остаток с точностью до 0,1 мг.

8.10 Повторяют процедуры по 8.8 и 8.9 до получения расхождения результатов двух последовательных взвешиваний не более 1,0 мг.

8.11 Если предполагают, что содержание сульфатной золы в образцах не более 0,02 % масс., выполняют холостой опыт с серной кислотой, добавляя 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты (5.2) в тарированную платиновую чашку или тигель, нагревая до прекращения выделения паров, затем нагревают в печи (6.2) при температуре 775 °С в течение 30 мин. Охлаждают в эксикаторе (6.4) до температуры окружающей среды чашку или тигель и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если в серной кислоте обнаруживают золу, массу сульфатной золы получают вычитанием из общей массы сульфатной золы образца массы золы серной кислоты, определенной при выполнении холостого опыта. При вычислении содержания сульфатной золы используют эту скорректированную массу m_2.

9 Обработка результатов

Содержание сульфатной золы A, % масс., исходного образца вычисляют по формуле

$$A = 100\frac{m_2}{m_1}, \quad (2)$$

где m_1 — масса испытуемого образца, г;

m_2 — масса сульфатной золы (8.11), г.

10 Оформление результатов

Записывают результат с точностью до 0,001 % масс. для образцов с массовой долей сульфатной золы не более 0,02 % масс., с точностью до 0,01 % масс. — для образцов с массовой долей сульфатной золы не менее 0,02 % масс.

11 Прецизионность

Прецизионность метода получена при статистическом анализе результатов межлабораторных испытаний, проведенных в 1975 и 1981 гг.

В таблице 1 приведены примеры показателей прецизионности с использованием формул по 11.1 и 11.2.

Таблица 1 — Примеры показателей прецизионности образцов

Содержание сульфатной золы, % масс.	Прецизионность, % масс.	
	Повторяемость r	Воспроизводимость R
0,005	0,0005	0,0021
0,010	0,0009	0,0038
0,050	0,0037	0,0148
0,100	0,0066	0,0267
0,50	0,036	0,084
1,00	0,060	0,142
5,00	0,201	0,475
10,00	0,337	0,799
20,00	0,567	1,343
25,00	0,671	1,588

11.1 Повторяемость r

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

- для A от более или равного 0,005 % масс. до менее или равного 0,100 % масс.

$$r = 0{,}047x^{0{,}85},$$

- для A от более или равного 0,11 % масс. до менее или равного 25,00 % масс.

$$r = 0{,}060x^{0{,}75},$$

где x — среднеарифметическое значение сравниваемых результатов, % масс.

11.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном материале испытаний при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати:

- для *A* от более или равного 0,005 % масс. до менее или равного 0,100 % масс.

$$R = 0{,}189x^{0{,}85},$$

- для *A* от более или равного 0,11 % масс. до менее или равного 25,0 % масс.

$$R = 0{,}142x^{0{,}75},$$

где *x* — среднеарифметическое значение сравниваемых результатов, % масс.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) тип и идентификацию испытуемого продукта;

c) результат испытания (раздел 10);

d) любое отклонение от метода настоящего стандарта;

e) дату проведения испытания.

Библиография

[1] ISO 6245 Petroleum products — Determination of ash
(Нефтепродукты. Определение содержания золы)

[2] EN 14213 Heating fuels — Fatty acid methyl esters (FAME) — Requirements and test methods
[Бытовое топливо. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME). Требования и методы испытаний]

[3] EN 14214 Liquid petroleum products — Fatty acid methyl esters (FAME) for use in diesel engines and heating applications — Requirements and test methods
[Жидкие нефтепродукты. Метиловые эфиры жирных кислот (FAME) для использования в дизельных двигателях и отопительных установках. Требования и методы испытаний]

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	—	*
ISO 3171	—	*
ISO 3696:1987	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

УДК 665.765:543.573:006.354 МКС 75.100

Ключевые слова: нефтепродукты, смазочные масла, присадки, определение содержания сульфатной золы

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 27.08.2019. Подписано в печать 17.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru