МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34193—
2017**

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение содержания золы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (АО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52—2017)

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
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2017 г. № 1898-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34193—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 482—13 «Стандартный метод определения золы в нефтепродуктах» («Standard test method for ash from petroleum products», IDT).

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

Стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ASTM D 02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за него несет Подкомитет D 02.03 «Элементный анализ».

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2018

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 Назначение и применение . . . 2
5 Аппаратура . . . 2
6 Реактивы . . . 2
7 Отбор проб . . . 2
8 Проведение испытаний . . . 2
9 Оформление результатов . . . 4
10 Протокол испытаний . . . 4
11 Контроль качества . . . 4
12 Прецизионность и смещение . . . 5
Приложение Х1 (рекомендуемое) Контроль качества . . . 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам . . . 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

Определение содержания золы

Petroleum and petroleum products.
Determination of ash content

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение содержания золы в дистиллятных и остаточных топливах, газотурбинных топливах, сырой нефти, смазочных маслах, парафинах и других нефтепродуктах в диапазоне 0,001—0,180 % масс., присутствие золообразующих материалов в которых, как правило, считается нежелательной примесью или загрязняющим веществом (см. примечание 1). Метод по настоящему стандарту применяют только для нефтепродуктов, не содержащих золообразующих присадок, включая некоторые соединения фосфора (см. примечание 2).

Примечание 1 — В некоторых типах образцов не все металлы, образующие золу, количественно в нее превращаются. Особенно это относится к дистиллятным маслам, для которых требуется специальная процедура сжигания для количественного определения золы.

Примечание 2 — Настоящий стандарт не предназначен для определения содержания золы в неиспользованных смазочных маслах, содержащих присадки; для таких образцов следует использовать метод по ASTM D 874. Настоящий стандарт не предназначен также для анализа смазочных масел, содержащих свинец, и отработанных моторных масел.

1.2 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. Значения в скобках приведены только для информации. Содержание золы следует выражать в процентах по массе или массовых процентах (% масс.).

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты ASTM*:

ASTM D 874, Test method for sulfated ash from lubricating oils and additives (Метод определения сульфатной золы в смазочных маслах и присадках)

ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4928, Test method for water in crude oils by coulometric Karl Fischer titration (Метод определение воды в нефтях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру)

ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения статистических методов контроля качества и контрольных графиков для оценки качества системы аналитических измерений)

---

* Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru службе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

ASTM D 6792, Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories (Практическое руководство по системе обеспечения качества в испытательных лабораториях нефтепродуктов и смазочных материалов)

3 Сущность метода

3.1 Образец поджигают в подходящем сосуде и сжигают до тех пор, пока не останутся только зола и углеродистый остаток. Углеродистый остаток превращют в золу при нагревании в муфельной печи при температуре 775 °С, затем его охлаждают и взвешивают.

4 Назначение и применение

4.1 Данные о количестве несгораемых веществ, присутствующих в продукте, могут свидетельствовать о пригодности продукта для его практического применения. Зола может образоваться от присутствия в нефти водорастворимых соединений металлов или посторонних твердых веществ, таких как грязь и ржавчина.

5 Аппаратура

5.1 Чашка для выпаривания или тигель

Чашка для выпаривания или тигель, изготовленные из платины, кварцевого стекла или фарфора, вместимостью от 50 до 150 $см^3$.

Примечание 3 — При необходимости можно использовать сосуды из корунда. Сосуды, изготовленные не из платины, могут загрязнять золу.

5.2 Электрическая муфельная печь

Электрическая муфельная печь, обеспечивающая поддержание температуры (775 ± 25) °С, по возможности снабженная отверстиями в передней и задней стенках для обеспечения медленного естественного тока воздуха; можно использовать печь с программируемым контролем температуры и воздушного потока.

5.3 Газовая горелка Мекера или равноценная.

5.4 Механический шейкер.

5.5 Беззольная фильтровальная бумага.

6 Реактивы

6.1 Пропанол-2

Предупреждение — Легковоспламеняющийся, может быть взрывоопасным при перегонке досуха.

6.2 Толуол

Предупреждение — Легковоспламеняющийся, токсичный.

6.3 Образцы контроля качества (QC), являющиеся предпочтительно порциями одного или нескольких жидких нефтепродуктов, стабильных и представительных для представляющих интерес образцов. Образцы QC можно использовать для проверки правильности процедуры испытаний (см. раздел 11).

7 Отбор проб

7.1 Отбор проб — по ASTM D 4057 или ASTM D 4177. Перед отбором аликвоты пробы в чашку для выпаривания или тигель для озоления особое внимание следует обращать на обеспечение представительности образца. При необходимости образец энергично встряхивают.

8 Проведение испытаний

8.1 Нагревают чашку для выпаривания или тигель, который будут использовать для испытания, при температуре 700—800 °С не менее 10 мин. Затем охлаждают в подходящем контейнере до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Примечание 4 — В качестве контейнера для охлаждения чашки или тигля можно использовать эксикатор, не содержащий осушающего вещества. Взвешивание тиглей можно выполнять только после их охлаждения. Если необходимо, чтобы тигель оставался в эксикаторе более длительное время, все последующие взвешивания должны быть проведены после выдерживания тиглей с содержимым в эксикаторе в течение такого же промежутка времени.

8.2 Если образец достаточно подвижный, то перед взвешиванием его тщательно перемешивают. Перемешивание необходимо для равномерного распределения частиц катализатора и других веществ в образце. Удовлетворительного перемешивания можно достичь встряхиванием вручную или с помощью механического шейкера в течение 10 мин. Перед продолжением испытания по 8.3 проверяют гомогенность образца. Если образец негомогенный, продолжают перемешивание.

8.2.1 Если после повторного перемешивания видно, что образец негомогенный или есть обоснованное сомнение, то можно использовать неаэрирующий высокоскоростной смеситель с высоким напряжением сдвига. Такое устройство приведено в ASTM D 4928, приложение А1.

8.2.2 Если невозможно достичь удовлетворительной однородности образца, его бракуют и берут новый.

8.2.3 Если образец вязкий или твердый при температуре окружающей среды, осторожно нагревают сосуд, пока образец не станет полностью жидким, затем его тщательно перемешивают. Можно использовать термостат или сушильный шкаф при соответствующей температуре.

8.2.4 Образец может содержать воду. После нагревания в термостате вода может закипеть, вызывая разбрызгивание или вспенивание. Исполнитель должен выполнять нагревание осторожно, в защитных очках и перчатках. Следует осторожно перемешивать образец такого типа. Вместо встряхивания применяют перемешивание.

8.3 Количество образца для испытания зависит от предполагаемого содержания золы (см. таблицу 1). Процедура взвешивания зависит от того, требуется ли нагревание образца или нет и сколько порций необходимо взвесить.

Таблица 1 — Масса испытуемого образца в зависимости от содержания золы

Предполагаемое содержание золы, % масс.	Масса испытуемого образца, г	Масса золы, мг
0,180	11	20
0,100	20	20
0,050	40	20
0,040	50	20
0,020	100	20
0,010	100	10
0,001	100	1

8.4 Взвешивают образец для испытания в чашке или тигле с точностью до 0,1 г в количестве, достаточном для получения не более 20 мг золы, используя весы с верхней загрузкой. Определяют массу испытуемого образца при температуре окружающей среды. Для этого можно вычислить разность между начальной и конечной массами контейнера с пробой, взвешенного при температуре окружающей среды. Если достаточно одного взвешивания, как установлено в таблице 1 или опытным путем, то переходят к процедурам по 8.6—8.11.

8.5 Если требуется более одного добавления испытуемого образца, проводят определение только по 8.6 (принимая во внимание 8.6.1 и 8.7) и охлаждают чашку или тигель до температуры окружающей среды перед добавлением следующей порции образца, как указано в 8.4. Проводят испытание по 8.6—8.11.

8.6 Аккуратно нагревают чашку или тигель горелкой Мекера или аналогичного типа до тех пор, пока содержимое чашки не воспламенится. Поддерживают чашку или тигель при такой температуре, чтобы образец продолжал гореть с постоянной и умеренной скоростью. Горение прекратится, когда образец превратится в углеродистый остаток. Далее можно использовать нагреватель.

8.6.1 Вода, содержащаяся в испытуемом образце, при нагревании может привести к разбрызгиванию. Оператор должен нагревать образец осторожно, пользуясь защитными очками и перчатками. Если разбрызгивание настолько сильное, что продукт выплескивается из чашки или тигля, образец бракуют.

Если первая испытуемая порция забракована, добавляют ко второй порции испытуемого образца при перемешивании стеклянной палочкой (2 ± 1) $см^3$ пропанола-2 (**Предупреждение** — Воспламеняем) и осторожно нагревают до жидкого состояния, если образец твердый или почти твердый. Проводят процедуры по 8.6. Если это не приносит желаемого результата, повторяют испытание на третьей порции образца, добавляя (10 ± 1) $см^3$ смеси, состоящей из (50 ± 5) % об. толуола (**Предупреждение** — Воспламеняем. Пары вредны) и (50 ± 5) % об. пропанола-2. Если испытуемый образец налипает на стеклянную палочку, его возвращают в чашку, используя полоску беззольной фильтровальной бумаги, затем сжигают по 8.6.

8.7 Исполнитель должен быть внимательным; не допускается оставлять сжигаемые образцы без присмотра.

8.8 Некоторые испытуемые образцы требуют дополнительного нагревания после прекращения сжигания, особенно образцы тяжелых продуктов, таких как топлива для морских судов, образующие корки над несожженным продуктом. Корку можно разрушить стеклянной палочкой. Корку, прилипшую к стеклянной палочке, следует вернуть в чашку, пользуясь полоской беззольной фильтровальной бумаги. Сжигают остатки испытуемого образца.

8.9 Тяжелые продукты склонны к вспениванию, поэтому исполнитель должен проявлять особую внимательность. Следует избегать перегрева, чтобы ни испытуемый продукт, ни чашка не были нагреты до появления красного каления, так как это может привести к потере золы. Пламя не должно быть выше ободка чашки, чтобы избежать перегрева корки, так как при этом образуются искры, что может привести к потере значительного количества золы.

8.10 Нагревают остаток в муфельной печи при температуре (775 ± 25) °С до исчезновения всех углеродистых веществ. Охлаждают чашку до температуры окружающей среды в подходящем контейнере (см. примечание 4) и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

8.11 Повторяют нагревание чашки при температуре (775 ± 25) °С в течение 20 мин., охлаждают в подходящем контейнере (см. примечание 4) и повторно взвешивают. Повторяют нагревание и взвешивание до тех пор, пока последовательные взвешивания не будут отличаться друг от друга более чем на 0,5 мг.

9 Оформление результатов

9.1 Вычисляют содержание золы в образце, % масс., по формуле

$$\text{Содержание золы} = \left(\frac{w}{W}\right)100, \quad (1)$$

где w — масса золы, г;
W — масса образца, г.

10 Протокол испытаний

10.1 Записывают результаты следующим образом:

масса испытуемого образца, г	результат записывают с точностью
от 9,00 до 39,99	до 3-го десятичного знака
св. 40,00	от 3-го до 4-го десятичного знака

10.2 Записывают полученное значение как зольность по настоящему стандарту, указывают массу взятого образца.

11 Контроль качества

11.1 Работу оборудования или правильность выполнения процедуры испытания подтверждают путем анализа образца QC (см. 6.3).

11.1.1 Если протоколы контроля качества / обеспечения качества QC/QA в испытательной лаборатории уже установлены, они могут быть использованы для подтверждения достоверности результатов испытаний.

11.1.2 Если в испытательной лаборатории не установлены протоколы QC/QA, то в качестве системы QA/QC можно использовать приложение X1.

12 Прецизионность и смещение*

12.1 Прецизионность метода установлена статистической обработкой результатов межлабораторных испытаний.

12.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20:

содержание золы, % масс.	повторяемость
от 0,001 до 0,079	0,003
от 0,080 до 0,180	0,007

12 1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20:

содержание золы, % масс.	воспроизводимость
от 0,001 до 0,079	0,005
от 0,080 до 0,180	0,024

12.2 Смещение

Смещение для настоящего метода не может быть определено, так как отсутствуют стандартные образцы с известным содержанием золы в жидком нефтепродукте.

* Исследовательский отчет ASTM по настоящему стандарту недоступен.

Приложение Х1
(рекомендуемое)

Контроль качества

Х1.1 Анализируя образец QC, убеждаются в правильности работы прибора или выполнения процедуры испытания.

Х1.2 Перед проведением контроля качества процесса измерения пользователю метода необходимо определить среднее значение определяемой величины и граничные значения контрольного образца QC (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7)*.

Х1.3 Регистрируют результаты QC и анализируют их с помощью контрольных карт или других статистически эквивалентных методов для установления состояния статистического контроля всего процесса испытания (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7). Исследуют причины получения любых выпадающих данных.

Х1.4 При отсутствии конкретных требований, приведенных в стандарте на метод испытаний, частота проведения испытания образца QC определяется значимостью качества проводимого измерения, а также стабильностью процесса испытания и требованиями потребителя. Обычно образец QC анализируют каждый день наряду с испытанием образцов. Увеличивают частоту анализа образцов QC, если ежедневно анализируется большое количество образцов. Однако если доказано, что испытание находится под статистическим контролем, можно уменьшить частоту испытания образца QC. Чтобы убедиться в качестве получаемых данных, следует периодически проверять точность результатов испытания образца QC на соответствие прецизионности настоящего метода.

Х1.5 Рекомендуется по возможности выбирать тип образца QC, представительный по отношению к обычно анализируемым продуктам. На период проведения испытаний должен быть обеспечен достаточный запас гомогенного и стабильного в условия хранения образца QC. Подробное руководство по работе с образцами QC и построению контрольных карт приведено в ASTM D 6299, ASTM D 6792 и ASTM MNL 7.

* ASTM MNL 7 Руководство по представлению данных анализа в виде контрольных карт, шестое издание, ASTM International, W.Conshohocken, PA.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 874	—	*
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4177	—	*
ASTM D 4928	IDT	ГОСТ 33733—2016 «Нефть сырая. Определение содержания воды методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру»
ASTM D 6299	—	*
ASTM D 6792	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM. За переводом следует обращаться в ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы».

Примечание — В настоящем стандарте использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 665.61+665.71:543.632.22:006.354 МКС 75.040; 75.080 IDT

Ключевые слова: нефть и нефтепродукты, определение содержания золы

БЗ 7—2017/3

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *И.В. Белюсенко*

Сдано в набор 14.12.2017. Подписано в печать 15.01.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 32 экз. Зак. 2699.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru