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
2017

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 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 ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазки».

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

*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, 2017

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

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.

Содержания золы в неиспользованных и отработанных смазочных маслах, содержащих присадки, в отработанных моторных маслах, в смазочных маслах, содержащих свинец, или в неуглеводородных 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:

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)

ISO 4259, 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, Toluene for industrial use — Specifications (Толуол для промышленного использования. Технические требования)

Издание официальное

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 $см^3$.

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

5.2 Печь муфельная

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 Емкость охлаждающая

Закрытая емкость соответствующей вместимости, не содержащая осушитель.

5.4 Весы аналитические

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 (см. 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 (см. 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. приме-

чание 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 (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 $см^3$ изопропанола (4.1). Если это не приводит к удовлетворительному результату, то к третьей порции испытуемого образца добавляют 10 $см^3$ 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 $см^3$ 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 ± 25) °С, 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 ± 25) °С 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

В процентах по массе

Содержание золы	Повторяемость	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 испытуемого продукта;

c) результат испытания (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	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ISO 3171	—	*
ISO 4259	—	*
ISO 5272	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 665.61+665.71:543.632.22:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: нефть и нефтепродукты, определение содержания золы

БЗ 5—2016/3

Редактор *С.Н. Галимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.04.2017. Подписано в печать 24.04.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 31 экз. Зак. 634.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru