Группа Б99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения сульфатной золы

Petroleum products.
Methods for determination
of sulfoted ash

ГОСТ 12417—73*

Взамен
ГОСТ 12417—66

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 марта 1973 г. № 769 срок введения установлен

с 01.07.74

Проверен в 1982 г. Постановлением Госстандарта от 27.08.82 № 3415 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения сульфатной золы в неотработанных нефтяных маслах с присадками, присадках и других нефтепродуктах.

Анализируемый образец может содержать следующие металлы: барий, кальций, магний, цинк, калий, натрий, олово, а также элементарную серу, фосфор, хлор.

Показатель «сульфатная зола» используют для оценки содержания металлосодержащих присадок в неотработанных маслах.

При отсутствии фосфора барий, кальций, магний, калий и натрий превращаются в соответствующие сульфаты: олово (IV) и цинк — в окислы. Сера и хлор не мешают определению. Влияние фосфора необходимо учитывать при содержании более 0,1%, так как металлы в золе могут присутствовать в виде фосфатов.

В связи с тем, что сульфат цинка медленно разлагается, превращаясь в окисел цинка, для завершения превращения может потребоваться три или четыре периода нагревания пробы.

Определение зольности в нефтяных маслах с присадками и присадках, содержащих свинец, проводится по ГОСТ 1461—75, при температуре прокаливания золы (550±25)°С.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Переиздание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1979 г., августе 1982 г. (ИУС 3—79, 12—82).*

gost.e-ecolog.ru

Сущность метода заключается в сжигании нефтепродукта до получения углистого остатка, превращении металлических составляющих присадок в сульфаты двукратной обработкой серной кислотой и прокаливанием сульфатной золы при (550±25)°С и (775±25)°С до постоянной массы.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2171—80 в части метода Б.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

Плитка электрическая с закрытой спиралью, или колбонагреватель или баня песчаная. Печь муфельная электрическая с температурой нагрева от 200 до 800° С, обеспечивающая устойчивую температуру (550±25) или (775±25)°С, с терморегулятором или реостатом; в передней и задней стенках печи должны быть отверстия для воздухообмена внутри печи.

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 (550±25) или (775±25)°С на расстоянии 10—20 мм от пода муфельной печи.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82, не содержащий осушающего вещества.

Щипцы тигельные.

Тигли типа ТКПН, вместимостью 50, 80 и 100 см³ или чаши типа КП вместимостью 50, 80, 100 и 160 см³ по ГОСТ 19908—80, или тигли № 5 и № 6, или чаши выпарительные №№ 2, 3, 4 по ГОСТ 9147—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а. и раствор 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч. д. а. и раствор 1 : 4.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805—84.

Толуол по ГОСТ 14710—78 или ГОСТ 5789—78.

Масло С-220 по ГОСТ 8463—76 или масло минеральное светлое с массовой долей золы не более 0,001%.

Фильтры беззольные бумажные, диаметром 9—11 см, с известной массой золы одного фильтра.

Примечание. Допускается применять платиновые тигли или чашки при испытании продуктов, не содержащих элементов, отравляющих платину, таких как свинец, цинк, фосфор, мышьяк, олово, сурьма, кремний и другие.

Фарфоровые тигли или чашки применяют до нарушения глазури на внутренней поверхности.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. В тигли или чашки наливают разбавленную соляную кислоту и кипятят несколько минут, затем ополаскивают дистиллированной водой и 10 мин прокаливают в муфельной печи при (775±25)°С.

2.2. Тигель охлаждают на воздухе 5 мин, 30 мин в эксикаторе, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Пробу испытуемого нефтепродукта отбирают по ГОСТ 2517—85, хорошо перемешивают встряхиванием **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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В тигель (или чашку), подготовленный по пп. 2.1—2.2, помещают беззольный бумажный фильтр, чтобы он плотно прилегал ко дну и стенкам тигля.

Тигель с фильтром взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в него анализируемую пробу в количестве, указанном в табл. 1.

Таблица 1

Зольность, %	Масса пробы, г	Погрешность взвешивания, г, не более
До 0,02	100	0,1
Св. 0,02 до 0,1	20	0,1
» 0,1 » 0,5	10	0,05
» 0,5 » 2	5	0,02
» 2	1	0,005

При содержании сульфатной золы более 2% 1 г испытуемого продукта разбавляют 9 г минерального масла.

3.2. Второй беззольный фильтр складывают в виде конуса, верхнюю часть которого на расстоянии 5—10 мм от верха отрезают

ножницами, опускают в тигель с массой нефтепродукта основанием вниз так, чтобы он стоял устойчиво, закрывая большую часть нефтепродукта. Высоковязкие нефтепродукты перед опусканием фильтра (фитиля) расплавляют.

После того, как фитиль пропитается испытуемым нефтепродуктом, его поджигают. Сжигание массы проводят до получения углистого остатка, следя за тем, чтобы пламя при горении было ровным и спокойным. Высоковязкие и высокоплавкие нефтепродукты одновременно со сжиганием подогревают на электроплитке. Нагрев регулируют так, чтобы нефтепродукт не выплескивался и не перетекал через края тигля.

В продукт, склонный к пенообразованию, перед нагреванием добавляют 1—2 см³ изопропилового спирта. Если этого недостаточно, к продукту добавляют 10 см³ смеси равных объемов толуола и изопропилового спирта, тщательно перемешивают. В смесь вводят несколько полос беззольной фильтровальной бумаги и поджигают их. При сгорании бумаги удаляется большая часть воды.

Допускается проводить испытание без фильтра.

Если произошла потеря вещества при перетекании продукта через края тигля, испытание повторяют.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.4. Обработка углистого остатка серной кислотой.

3.4.1. Углистый остаток, предварительно охлажденный, полностью смачивают, добавляя по каплям концентрированную серную кислоту.

Осторожно нагревают, не допуская выплескивания пробы, на электроплитке или песчаной бане, до прекращения выделения паров и получения сухого остатка. Затем помещают тигель в муфельную печь, нагретую не выше 300° С, повышают температуру печи до (550±25)°С, прокаливают остаток до полного озоления.

Допускается помещать тигли в муфельную печь, нагретую до (550±25)°С, выдерживать углекислый остаток при этой температуре до полного озоления.

3.4.2. Охлаждают тигель с золой, добавляют 2—3 капли воды и 5—10 капель раствора серной кислоты, полностью смачивают водой золу, включая отложения на стенках тигля. Осторожно нагревают тигель на электроплитке до прекращения выделения паров. Снова помещают тигель в печь с температурой не выше 300° С, постепенно повышают температуру до (775±25)°С и прокаливают остаток в течение 30 мин.

Допускается помещать тигли в муфельную печь, нагретую до (775±25)°С и выдерживать углистый остаток при этой температуре до полного озоления.

3.4.3. Охлаждают и взвешивают прокаленный остаток (п. 2.2).

При наличии в образце цинка необходимо провести прокаливание не менее трех раз до получения постоянной массы.

3.4.4. Если известно, что содержание сульфатной золы в образцах 0,02% или менее, проводят контрольный опыт. Помещают 1 см³ концентрированной серной кислоты в предварительно взвешенный тигель и нагревают до прекращения выделения паров. Затем тигель помещают в муфельную печь с температурой (775±25)°С и прокаливают 30 мин. Охлаждают тигель на воздухе, в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают. Если в серной кислоте обнаруживают золу, общую массу сульфатной золы, получаемую во время испытания, уменьшают на массу золы, установленную в контрольном опыте. Этот исправленный показатель массы используют для расчета сульфатной золы.

3.4.1.—3.4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5.—3.5.2. **(Исключены, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сульфатной золы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100,$$

где

m_0 — масса пробы, г;

m_1 — масса сульфатной золы, г;

m_2 — масса золы двух бумажных фильтров (масса золы фильтра указана на упаковке фильтра), г.

При сжигании продукта без фильтров массу m_2 не учитывают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

4.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений.

Записывают результат с точностью до 0,001% для образцов с содержанием сульфатной золы до 0,2% и с точностью до 0,01% для образцов с более высоким содержанием сульфатной золы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Повторяемость

Два результата определения, полученные одним лаборантом, на одной и той же аппаратуре и пробе продукта, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95%), если расхождения между ними не превышают значения, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Зольность, %	Повторяемость, %	Воспроизводимость, %
До 0,005	0,0005	0,002
Св. 0,005 до 0,01	0,001	0,004
» 0,01 » 0,1	0,006	0,03
» 0,1 » 0,5	0,03	0,1
» 0,5 » 1,0	0,05	0,2
» 1,0	4%	10%
	от среднего арифметического значения	

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные разными лаборантами, в двух разных лабораториях, на одной и той же пробе продукта, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95%), если расхождения между ними не превышают значения, указанного в табл. 2.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru