Межгосударственный стандарт ГОСТ 28583-90 (ИСО 6245-82) "Нефтепродукты. Определение содержания золы" (введен в действие постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 19 июня 1990 г. N 1646)

Petroleum products. Determination of ash

Дата введения 1 июля 1991 г.

1. Назначение и область применения

Данный стандарт устанавливает метод определения содержания золы от 0,001% до 0,180% (по массе) в дистиллятных и остаточных топливах, нефтях, смазочных маслах, парафинах и других нефтепродуктах, где золообразующие компоненты нежелательны. Метод применим к нефтепродуктам, не содержащим зольные присадки и некоторые фосфорные соединения.

Примечания:

1. При анализе определенных образцов метод не устанавливает количественное содержание соединений металлов, образующих золу. Это относится к дистиллятным маслам, анализ которых следует проводить по специальной методике определения соединения металлов.

2. Метод не применим для смазочных масел, содержащих присадки, для анализа которых применяют метод по ГОСТ 12417.

Метод также не применим для анализа смазочных масел, содержащих свинец, и для отработанных масел.

2. Сущность метода

Массу образца в соответствующей емкости сжигают до получения углистого остатка. Углистый остаток нагревают в муфельной печи при температуре 775°С до полного озоления, охлаждают и взвешивают.

3. Аппаратура

3.1. Чашка выпарительная или тигель вместимостью от 90 до 120 см3, изготовленные из платины, кварцевого стекла или фарфора.

3.2. Печь муфельная электрическая, рассчитанная для работы при температуре (775+-25)°С, желательно, чтобы в передней и задней стенках печи имелись отверстия для обеспечения медленного и постоянного воздухообмена внутри печи.

3.3. Емкость охлаждающая, не содержащая осушающего агента.

4. Отбор проб

Образец отбирают в соответствии с методикой. Перед переносом пробы для испытания в выпарительную чашку или тигель следует убедиться, что проба представительна. Пробу перемешивают энергичным встряхиванием.

5. Проведение испытания

5.1. Выпарительную чашку или тигель нагревают при температуре от 700°С до 800°С в течение 10 мин или более. Затем охлаждают в эксикаторе (п. 3.3) до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг.

Примечание. Все операции взвешивания тигля или чашки выполняют после охлаждения. Если необходимо оставить чашку в охлаждающей емкости на длительный период времени, то все последующие взвешивания проводят после того, как чашка с содержимым выдержана в охлаждающей емкости в течение такого же периода времени.

5.2. Масса для испытания зависит от степени зольности нефтепродукта. В чашке или тигле взвешивают массу продукта с погрешностью не более 0,1% (максимально 100 г), чтобы получить 20 мг золы.

Если чашку или тигель заполняют массой нефтепродукта более одного раза, то ее определяют как разность между начальным и конечным взвешиванием емкости с пробой.

Выпарительную чашку или тигель с массой нагревают до тех пор, пока содержимое не воспламенится при контакте с пламенем.

Температуру регулируют так, чтобы горение массы продолжалось при постоянной умеренной скорости до получения углистого остатка.

Примечание. При наличии в продукте влаги, что вызывает вспенивание или потерю золы, перед нагреванием добавляют 1-2 см3 99 %-ного пропанола-2. Если этого недостаточно, то добавляют 10 см3 толуола и пропанола-2, взятых в равных объемах, и тщательно перемешивают. В смесь помещают несколько полосок беззольной фильтровальной бумаги и поджигают их. При сгорании удаляется большая часть воды.

5.3. Нагревают углистый остаток в муфельной печи при температуре (775+-25)°С до полного озоления.

Чашку охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг.

5.4. Повторно нагревают чашку при температуре (775+-25)°С в течение 20-30 мин, охлаждают и взвешивают. Нагревание и взвешивание повторяют до получения расхождений между результатами последовательных взвешиваний не более 0,5 мг.

6. Обработка результатов

6.1. Метод расчета

Содержание золы в процентах рассчитывают по формуле

m

1

— x 100,

m

0

где m - масса золы, г;

1

m - масса нефтепродукта для испытания, г.

0

7. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующее:

а) тип и идентификацию испытуемого нефтепродукта;

б) ссылку на данный международный стандарт или национальный стандарт;

в) массу взятого нефтепродукта;

г) результат испытания до двух значимых цифр, устанавливая массу взятого образца (см. п. 6.1);

д) любое отклонение, принятое по соглашению или по другим документам, от установленной методики;

е) дату испытания.

8. Точность метода

8.1. Сходимость

Расхождение между последовательными результатами испытания, полученными одним лаборантом на одной аппаратуре в постоянно действующих условиях на идентичном исследуемом материале, при нормальной и правильной эксплуатации метода испытания превышает следующие значения только в одном случае из двадцати:

зола, %	сходимость, %
0,001-0,079	0,003
0,080-0,180	0,007

8.2. Воспроизводимость

Расхождение между двумя единственными независимыми результатами, полученными различными лаборантами, работающими в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале, при нормальной и правильной эксплуатации метода испытания, превышает следующие значения только в одном случае из двадцати:

зола, %	воспроизводимость, %
0,001-0,079	0,005
0,080-0,180	0,024