

# ГОСТ 1461-75

ГОСТ 1461-75

Группа Б09

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

### НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ

#### Метод определения зольности

#### Petroleum and petroleum products. Method of ash test

МКС 75.080  
ОКСТУ 0209

Дата введения 1976-07-01

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.06.75 N 1933
3. ВЗАМЕН ГОСТ 1461-59
4. Соответствует СТ СЭВ 2171-80 в части метода А
5. В стандарт введен международный стандарт ИСО 6245-82\*

### 6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 400-80	1.1
ГОСТ 2517-85	2.2
ГОСТ 3118-77	1.1
ГОСТ 5789-78	1.1
ГОСТ 6709-72	1.1
ГОСТ 9147-80	1.1
ГОСТ 9736-91	1.1
ГОСТ 14710-78	1.1
ГОСТ 19908-90	1.1

7. Ограничение срока действия снято по протоколу N 4-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

8. ИЗДАНИЕ с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1981 г., марте 1984 г., сентябре 1988 г. (ИУС 2-82, 7-84, 1-89)

Настоящий стандарт устанавливает метод определения зольности нефти и нефтепродуктов (кроме кокса, битумов, отработанных масел, присадок и смазок, содержащих графит, дисульфид молибдена, металлическую пыль и элементарную серу).

Сущность метода заключается в сжигании массы испытуемого нефтепродукта и прокаливании твердого остатка до постоянной массы.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2171-80 в части метода А.

В стандарт введен международный стандарт ИСО 6245-82.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

## 1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. При определении зольности нефтепродуктов применяют:

тигли В-50, В-80, В-100, Н-50, Н-80, Н-100 и чаши 50, 80, 100, 160, 200 по ГОСТ 19908;

чаши из платины применяются при испытании продуктов, не содержащих элементы, отравляющих платину, свинец, цинк, фосфор, мышьяк, олово, сурьму, кремний и др.;

тигли низкие 5 и 6, тигли высокие 4, 5, чаши выпарительные 2, 3, 4, 5 по ГОСТ 9147

тигли и чаши фарфоровые, применяют до нарушения глазури на внутренней поверхности;

плитку электрическую или песчаную баню, или колбонагреватель;

электропечи типа СНОЛ-1,6.2, 5.1/9 с электронным регулятором температуры и термопреобразователем ТХП-1489 или электропечи и средства измерения температуры другого типа, обеспечивающие нагрев и поддержание температуры  $(550 \pm 25)$  °С или  $(775 \pm 25)$  °С; в передней и задней стенках муфеля и печи должны быть отверстия, обеспечивающие прохождение воздуха;

милливольтметр с градуировкой шкалы до 1000 °С по ГОСТ 9637 в комплекте с термомпарой

ХА. Термопару устанавливают в муфеле так, чтобы спай ее находился в середине зоны с температурой  $(550\pm 25)$  °С или  $(775\pm 25)$  °С на расстоянии 10-20 мм от пода муфеля или тигельной печи;

эксикатор 2 по ГОСТ 25336

щипцы тигельные;

подставки треугольные из хромоникелевой проволоки или фарфоровых трубок на стальном каркасе;

термометр ртутный типа ТН-2 по ГОСТ 400;

фильтры обеззоленные бумажные диаметром 9-11 см с известной массой золы одного фильтра;

асбест листовой толщиной 3-5 мм;

весы общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью взвешивания не более 0,0002 г; с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью взвешивания не более 0,01 г;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную водой в соотношении 1:4;

аммоний азотнокислый 10%-ный водный раствор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

толуол по ГОСТ 14710 или по ГОСТ 5789;

спирт изопропиловый.

Допускается использовать реактивы квалификации не ниже указанной в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

## 2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. В стакан помещают тигли (чаши) и заливают их разбавленной соляной кислотой, кипятят в течение нескольких минут, затем тигли ополаскивают дистиллированной водой и прокаливают в электропечи при  $(775\pm 25)$  °С в течение 10 мин, затем охлаждают в течение 5 мин на воздухе и переносят в эксикатор, не содержащий осушающего вещества. При испытании продукта, содержащего свинец, прокаливание ведут при температуре  $(550\pm 25)$  °С.

После охлаждения в эксикаторе в течение 30 мин тигель взвешивают с погрешностью не

более 0,0002 г. Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями (доведение до постоянной массы) не более 0,0004 г.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

2.2. Пробу испытуемого нефтепродукта отбирают по ГОСТ 2517, хорошо перемешивают в течение 5 мин в сосуде, заполненном не более чем на  $\frac{1}{3}$  вместимости.

Нефтепродукты, вязкость которых при температуре 50 °С более 60 мм<sup>2</sup>/с (60 сСт), предварительно нагревают до 50 °С - 60 °С.

При испытании пластичных смазок с поверхности испытуемой смазки шпателем 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. N 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В тигель (или чашу), подготовленный по п.2.1, помещают обеззоленный фильтр так, чтобы он плотно прилегал ко дну и стенкам тигля.

Тигель с фильтром взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и берут в него массу испытуемого нефтепродукта, поставляемого по договорно-правовым отношениям, в соответствии с табл.1, а для народного хозяйства - табл.1а.

Таблица 1

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

Таблица 1а

Зольность, %				Масса пробы, г	Погрешность взвешивания, г
		До	0,02	100±5	0,01
Св.	0,02	до	0,1	20±2	0,01
"	0,1	"	0,5	10±1	0,01
"	0,5	"	2,0	5±0,5	0,01

"	2,0	$1 \pm 0,1$	0,0002
---	-----	-------------	--------

Второй обеззолненный фильтр складывают вдвое и сворачивают в виде конуса. Верхнюю часть конуса на расстоянии 5-10 мм от верха отрезают ножницами и помещают в тигель. Свернутый в виде конуса фильтр (фитиль) опускают в тигель с нефтепродуктом основанием вниз так, чтобы он стоял устойчиво, закрывая большую часть поверхности нефтепродукта.

Высоковязкие нефтепродукты и пластичные смазки перед опусканием фитиля расплавляют.

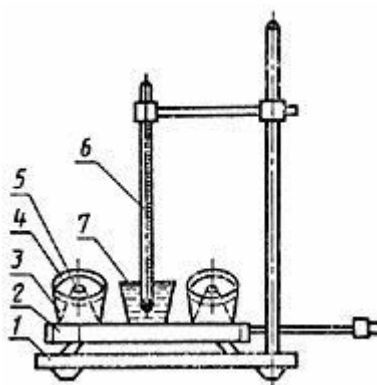
Если в технических требованиях на нефтепродукты предусмотрено выпаривание, то испытуемый нефтепродукт помещают в тигель без фильтров.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.2. При испытании нефтепродуктов, содержащих воду, тигель с нефтепродуктом и фитилем устанавливают на электроплитку и нагревают в течение 10-30 мин при температуре не выше 120 °С до прекращения легкого вспенивания на поверхности нефтепродукта и пропитки фитиля нефтепродуктом в такой степени, чтобы его можно было поджечь. Температуру во время обезвоживания измеряют при помощи термометра, опущенного в тигель с нефтепродуктом (см. чертёж), не содержащим воду и имеющим температуру вспышки выше 250 °С.

## Рисунок - Общий вид установки для обезвоживания нефтепродукта

**Общий вид установки для обезвоживания нефтепродукта**





1 - штатив лабораторный; 2 - плитка электрическая; 3 - тигель фарфоровый; 4 - фильтр бумажный, плотно прилегающий к стенкам тигля; 5 - конус из бумажного фильтра (фитиль); 6 - термометр ртутный; 7 - масло

3.3. После того, как фильтр пропитается испытуемым нефтепродуктом, его поджигают. Высоковязкие и парафинистые нефтепродукты, масла с присадками и консистентные смазки одновременно с сжиганием подогревают на электроплитке.

Тигель с нефтепродуктом, в котором предусмотрено выпаривание, ставят на электроплитку и нагревают.

Выпаривание или сжигание нефтепродукта проводят до получения сухого углистого остатка. Во время выпаривания и в начале сжигания подогрев регулируют так, чтобы нефтепродукт не выплескивался и не вытекал из тигля. При горении пламя должно быть ровным и спокойным.

В испытуемый продукт, склонный к пенообразованию, перед нагреванием добавляют 1-2 см  изопропилового спирта. Если пенообразование продолжается, к продукту добавляют 10 см  смеси равных объемов толуола и изопропилового спирта, перемешивают. В смесь вводят несколько полос беззольного фильтра и поджигают их. При сгорании удаляется большая часть воды.

При перетекании анализируемого продукта через края тигля испытание повторяют.

Допускается проводить испытание без фильтра.

3.4. Тигель с углистым остатком переносят в электропечь, нагретую не выше 300 °С, постепенно нагревают до (775±25) °С и выдерживают при этой температуре до полного озоления остатка.

Если углистый остаток озоляется медленно или после озоления наблюдается наличие углистых частиц, остаток в тигле охлаждают и обрабатывают несколькими каплями раствора азотнокислого аммония, затем осторожно выпаривают и продолжают прокаливание.

Допускается помещать тигли в электропечь, нагретую до (550±25) °С или (775±25) °С, и выдерживать углистый остаток при этой температуре до полного озоления остатка.

3.3, 3.4. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.5. После озоления тигель вынимают из электропечи, переносят на асбест или треугольную подставку из хромоникелевой проволоки или из фарфоровых трубок на стальном каркасе и охлаждают в течение 5 мин на воздухе, а затем в эксикаторе в течение 30 мин взвешивают и снова переносят в муфель или тигельную печь на 30 мин.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения постоянной массы по п.2.1.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Зольность испытуемого продукта (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100$$

где m - масса испытуемого продукта, г;

$m_1$  - масса золы, г;

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

Примечание. При выпаривании  $m_2$  не учитывают.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений. Записывают результат с точностью 0,001% для образцов с зольностью до 0,2% и с точностью 0,01% - для образцов с зольностью свыше 0,2%.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

4.2; 4.3. (Исключены, Изм. N 1).

## 5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

5.1.1. Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл.2.

5.1.2. Для пластичных смазок допускаемые расхождения двух параллельных определений не должны превышать 10% относительно среднеарифметического сравнительных результатов.

5.1.3. Зольность продукта 0,002% включительно оценивается как ее отсутствие.

5.1-5.1.3. (Измененная редакция, Изм. N 3).

5.2. Воспроизводимость

5.2.1. Два результата испытаний, полученные разными исполнителями в двух лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл.2.

Таблица 2

Зольность, %				Сходимость, %	Воспроизводимость, %
		До	0,005	0,0005	0,002
Св.	0,005	"	0,010	0,001	0,004
"	0,010	"	0,079	0,003	0,005
"	0,079	"	0,180	0,006	0,024
"	0,18	"	0,50	0,03	0,10
"	0,50	"	1,00	0,05	0,20
"	1,0			4% среднеарифметического значения	10% среднеарифметического значения

(Измененная редакция, Изм. N 3).

Электронный текст документа  
подготовлен ЗАО "Кодекс" и сверен по:  
официальное издание  
Нефтепродукты. Методы анализа. Часть 1:  
Сборник национальных стандартов. -  
М.: Стандартиформ, 2006