МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 3987

Третье издание
2010-11-15

Нефтепродукты. Определение сульфатированной золы в смазочных маслах и присадках

Petroleum products – Determination of sulphated ash in lubricating oils and additives

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ae6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R (Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO

Ссылочный номер
ISO 3987:2010(R)

© ISO 2010

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ae6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010

ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2010

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 09 47
E-mail copyright @ iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документы могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких–либо или всех подобных патентных прав.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3987 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 28, *Нефтепродукты и смазочные материалы*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 3987:1994) после технического пересмотра.

ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ae6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ae6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010

Нефтепродукты. Определение сульфатированной золы в смазочных маслах и присадках

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ— Применение настоящего международного стандарта может повлечь использование опасных материалов, операций и оборудования. Настоящий международный стандарт не ставит целью решить все проблемы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь данного международного стандарта сам несет ответственность за разработку соответствующей техники безопасности и правил охраны здоровья, а также за определение применимости регламентных ограничений до применения стандарта.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт описывает метод определения процента по массе сульфатированной золы в неиспользованных смазочных маслах, содержащих присадки, и в концентратах присадок, применяемых при компаундировании. Такие присадки обычно содержат один или несколько из следующих металлов: барий, кальций, магний, цинк, калий, натрий и олово. Элементы сера, фосфор и хлор могут также присутствовать в связанной форме.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f0d0721/iso-3987-2010

Применение данного метода к уровням содержания сульфатированной золы ниже 0,02 % по массе ограничивается маслами, содержащими беззольные присадки. Нижний предел применимости метода составляет 0,005 % по массе сульфатированной золы.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Применительно к данному международному стандарту термин % по массе и % по объему используются для представления массовой доли и объемной доли материала, соответственно.

Настоящий международный стандарт не предназначен для анализа используемых моторных масел, содержащих свинец, а также не рекомендуется для анализа смазочных масел без присадок, который можно выполнить по ISO 6245 [1].

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Подтверждено, что магний в данном методе не вступает в реакцию подобно щелочным металлам. Если присутствуют магниевые присадки, рекомендуется интерпретировать полученные данные с осторожностью.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Имеется доказательство, что пробы, содержащие молибден, могут давать низкие результаты, поскольку соединения молибдена не полностью восстанавливаются при температуре озоления.

Сульфатированную золу можно использовать для индикации концентрации присадок, содержащих известные металлы в новых смазочных маслах. В отсутствии фосфора барий, кальций, магний, натрий и калий переходят в сульфаты, а олово (IV) и цинк в оксиды.

ПРИМЕЧАНИЕ 4 Поскольку сульфат цинка медленно разлагается до оксида при температуре прокаливания, установленной для данного метода, пробы, содержащие цинк, могут давать изменчивые результаты, если только сульфат цинка полностью не превратится в оксид.

Сера и хлор не мешают определению, тогда как в случае присутствия фосфора и металлов, он остается частично или полностью в сульфатированной золе в форме фосфатов этих металлов.

ПРИМЕЧАНИЕ 5 Сложные метиловые эфиры жирных кислот (FAME), соответствующие EN 14213 [2] и EN 14214 [3], при испытании по данному международному стандарту соответствуют требуемой прецизионности.

© ISO 2010 – Все права сохраняются

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 3170, *Нефтепродукты жидкие. Отбор проб вручную*

ISO 3171, *Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода*

ISO 3696:1987, *Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

3.1
зола сульфатированная
сульфатный зольный остаток
sulfated ash
остаток после карбонизации пробы смазочного масла, последовательно обработанный серной кислотой и прокаленный до постоянной массы

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Сущность метода

Пробу неиспользованного смазочного масла поджигают и сжигают, пока не останется только зола и углерод. После охлаждения остаток обрабатывают серной кислотой и нагревают до температуры 775 °C до завершения окисления углерода. Затем золу охлаждают, снова обрабатывают серной кислотой и нагревают при 775 °C до постоянной массы. Затем рассчитывают процент полученной сульфатированной золы по массе.

ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda57-071e-4450-ac6a-c2169a3a0721/iso-3987-2010

5 Реактивы

Для анализа, описанного в настоящем международном стандарте, используют реактивы только признанной аналитической чистоты и воду, соответствующую требованиям класса 3 ISO 3696:1987.

5.1 Малозольное минеральное масло, вазелиновое (белое) масло, содержащее сульфатированной золы (определенной как изложено ниже) меньше, чем предел, позволяющий выполнить определение ее методом, описанном в данном международном стандарте.

Определяют сульфатированную золу в масле по методике, приведенной в Разделе 8, используя 100 г вазелинового масла, взвешенного с точностью до 0,5 г, в платиновой чашке вместимостью от 120 мл до 150 мл. Вычитают результат холостого опыта (на серной кислоте) в соответствии с 8.11.

5.2 Серная кислота (H_2SO_4), концентрированная, минимальной чистоты 98 %.

ВНИМАНИЕ! — Серная кислота очень агрессивна, является сильным окислителем и имеет высокую теплоту гидратации. При работе с этой кислотой необходимо надевать защитные перчатки и маску.

5.3 Серная кислота (1 + 1), приготовленная медленным добавлением одного объема концентрированной кислоты (5.2) к одному объему воды.

 © ISO 2010 – Все права сохраняются

ВНИМАНИЕ! — При смешивании серной кислоты с водой выделяется значительное количество теплоты. При необходимости охлаждают раствор перед добавлением следующей порции кислоты. Не допускается закипания раствора. Нельзя добавлять воду в кислоту.

5.4 **Пропан-2-ол**, минимальной чистоты 99 %.

ВНИМАНИЕ! — Пропан-2-ол является горючим веществом и при выпаривании досуха взрывоопасен.

5.5 **Толуол**, минимальной чистоты 99 %.

ВНИМАНИЕ! — Толуол легковоспламеняем и токсичен.

6 Аппаратура

6.1 **Чашка для выпаривания или тигель**, из фарфора, плавленого кварца или платины, вместимостью от 50 мл до 100 мл. Для проб, дающих в результате менее 0,2 % сульфатированной золы по массе, используют платиновую чашку или тигель вместимостью от 120 мл до 150 мл. Не допускается использовать платиновый сосуд, если известно, что проба содержит такие элементы, как фосфор, которые повреждают платину.

6.2 **Электрическая муфельная печь**, обеспечивающая поддержание температуры 775 °C ± 25 °C и предпочтительно имеющая отверстия в передней и задней части для создания небольшой естественной тяги воздуха в печи.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.3 **Весы**, обеспечивающие взвешивание до 0,1 мг.

6.4 **Емкость для охлаждения**, без осушающего вещества.

6.5 **Бумага фильтровальная**, максимальное содержание золы 0,01 % по массе.

ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ae6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010

7 Пробы и отбор проб

Пробоотбор должен осуществляться в соответствии с ISO 3170, ISO 3171 или эквивалентным национальным стандартом. Пробу необходимо тщательно перемешать перед отбором навески для анализа.

8 Проведение испытания

8.1 Выбирают чашку для выпаривания или тигель (6.1) подходящего размера в соответствии с требуемым количеством пробы (см. 8.3).

8.2 Нагревают чашку для выпаривания или тигель в печи (6.2) при температуре 775 °C в течение не менее 10 мин. Охлаждают до комнатной температуры в подходящей емкости (6.4) и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

8.3 Берут в чашку навеску подлежащей испытанию пробы с точностью до 0,1 мг, , массой, m_1, , задаваемой следующей Формулой (1).

$$m_1 = \frac{10}{m_0} \qquad (1)$$

где

m_0 ожидаемая масса сульфатированной золы, выраженная в процентах по массе;

m_1 масса навески анализируемой пробы, выраженная в граммах.

Нельзя брать массу пробы больше 80 г. В том случае, если присадки смазочного масла дают сульфатированной золы 2,00 % по массе или больше, разводят взятую навеску приблизительно в отношении один к десяти по массе малозольным смазочным маслом (5.1).

Если количество сульфатированной золы отличается от ожидаемого количества более чем вдвое, повторяют анализ, используя массу пробы для анализа с учетом результата первого анализа.

8.4 Нагревают чашку или тигель осторожно на газовой горелке, пока содержимое станет можно поджигать с помощью пламени. Поддерживают при такой температуре, чтобы проба продолжала гореть с равномерной и умеренной скоростью. После прекращения горения продолжают осторожно нагревать пробу до прекращения дымления.

Если проба для анализа содержит достаточное количество воды, чтобы привести к пенообразованию и потере материала из чашки, эту пробу бракуют и к следующей пробе добавляют от 1 мл до 2 мл пропан-2-ола (5.4) перед нагреванием. Если это не принесет результата, добавляют 10 мл смеси в равных объемах толуола (5.5) и пропан-2-ола (5.4) и тщательно перемешивают. Помещают несколько полосок беззольной фильтровальной бумаги (6.5) в смесь и нагревают; когда бумага загорится, большая часть воды будет удалена.

8.5 Доводят чашку до комнатной температуры, затем полностью увлажняют остаток путем добавления по капле концентрированной серной кислоты (5.2). Осторожно нагревают чашку при низкой температуре на нагревательной плитке или на газовой горелке, избегая разбрызгивания, и продолжают нагревание до прекращения дымления.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.6 Помещают чашку в печь (6.2), поддерживаемую при температуре 775 °C и продолжают нагревание при этой температуре до полного или почти полного завершения окисления углерода.

ISO 3987:2010

8.7 Дают чашке остыть до комнатной температуре. Добавляют три капли воды и десять капель раствора серной кислоты (5.3). Поворачивают чашку таким образом, чтобы смочить весь остаток в чашке целиком. Снова нагревают чашку в соответствии с 8.5.

8.8 Снова помещают чашку в печь (6.2), поддерживаемую при температуре 775 °C, и выдерживают при этой температуре в течение 30 мин. Охлаждают чашку до комнатной температуры в емкости для охлаждения (6.4).

Если диалкил или алкарилдитиофосфаты цинка и смеси, содержащие эти присадки, дают остаток, который на этой стадии имеет частично черный цвет, повторяют операции, описанный в 8.7 и 8.8, пока не будет получен осадок белого цвета.

8.9 На весах (6.3) взвешивают чашку с остатком с точностью до 0,1 мг.

8.10 Повторяют процедуру, описанную в 8.8 и 8.9, пока два последовательных взвешивания не дадут результаты, отличающиеся не более чем на 1,0 мг.

8.11 Для проб, в которых ожидается содержание сульфатированной золы 0,02 % по массе или меньше, проводят холостое определение на серной кислоте путем добавления 1 мл концентрированной серной кислоты (5.2) в тарированную платиновую чашку или тигель, нагревания до прекращения дымления, и последующего нагревания в печи (6.2) при температуре 775 °C в течение 30 мин.

Охлаждают чашку или тигель до комнатной температуры в емкости для охлаждения to (6.4) и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если в серной кислоте обнаружена зола, необходимо ввести поправку в массу полученной сульфатированной золы посредством вычитания массы золы, содержащейся в серной кислоте из общей массы сульфатированной золы в анализируемой навеске масла.

 © ISO 2010 – Все права сохраняются

Определяют массу золы в серной кислоте посредством умножения массы золы, определенной в 1 мл серной кислоты холостого опыта на общий объем использованной серной кислоты. Скорректированную массу используют как значение, m_2, при расчете результирующего содержания сульфатированной золы (см. Раздел 9).

9 Расчет

Рассчитывают сульфатированную золу, A, как процент по массе (массовую долю) в исходной пробк в соответствии с формулой (2).

$$A = 100\frac{m_2}{m_1} \tag{2}$$

где

m_1 масса анализируемой пробы, выраженная в граммах;

m_2 масса сульфатированной золы, выраженная в граммах.

10 Представление результатов

Результат сообщают с точностью до 0,001 % по массе для проб с содержанием сульфатированной золы ниже 0,02 % по массе и с точностью до 0,01 % по массе для проб с более высоким содержанием сульфатированной золы.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ae6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010

11 Прецизионность

Прецизионность метода, описанного в данном международном стандарте, была установлена в ходе статистического анализа результатов межлабораторного эксперимента по программам, проведенным в 1975 и 1981.

В Таблице 1 даны примеры значений прецизионности метода, полученных с использованием формул, представленных 11.1 и 11.2.

Таблица 1 — Показатели прецизионности

Сульфатированная зола % по массе	**Прецизионность** % по массе	
	Повторяемость r	**Воспроизводимость** R
0,005	0,000 5	0,002 1
0,010	0,000 9	0,003 8
0,050	0,003 7	0,014 8
0,100	0,006 6	0,026 7
0,50	0,036	0,084
1,00	0,060	0,142
5,00	0,201	0,475
10,00	0,337	0,799
20,00	0,567	1,343
25,00	0,671	1,588

© ISO 2010 – Все права сохраняются

11.1 Повторяемость, r

Расхождение между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале, при длительных испытаниях и нормальной правильной работе метода испытания, превысит следующие значения только в одном случае из двадцати:

$r = 0{,}047X^{0{,}85}$ для 0,005 % по массе $\leqslant A \leqslant$ 0,100 % по массе

$r = 0{,}060X^{0{,}75}$ для 0,11 % по массе $\leqslant A \leqslant$ 25,0 % по массе

где X среднее от сравниваемых результатов, выраженное в процентах по массе (массовая доля).

11.2 Воспроизводимость, R

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытания, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале, при длительных испытаниях и нормальной правильной работе метода испытания, превысит следующие значения только в одном случае из двадцати:

$R = 0{,}047X^{0{,}85}$ для 0,005 % по массе $\leqslant A \leqslant$ 0,100 % по массе

$R = 0{,}060X^{0{,}75}$ для 0,11 % по массе $\leqslant A \leqslant$ 25,0 % по массе

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

где X среднее от сравниваемых результатов, выраженное в процентах по массе (массовая доля).

12 Протокол испытания

ISO 3987:2010
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda57-071e-4450-ae6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010

Протокол испытания должен включать, как минимум, следующую информацию:

a) Ссылку на данный международный стандарт;

b) Тип и полную идентификацию испытуемой продукции;

c) Результат испытания (см. Раздел 10);

d) Все отклонения, по соглашению или иным образом, от установленной методики;

e) Дату проведения испытания.

© ISO 2010 – Все права сохраняются