МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33904—
2016**

МАСЛА СМАЗОЧНЫЕ

Определение содержания бария, кальция, магния и цинка методом атомно-абсорбционной спектрометрии

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 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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 ноября 2016 г. № 93-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
Грузия	GE	Грузстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2017 г. № 244-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33904—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 4628—14 «Стандартный метод определения содержания бария, кальция, магния и цинка в неиспользованных смазочных маслах атомно-абсорбционной спектрометрией» («Standard test method for analysis of barium, calcium, magnesium and zinc in unused lubricating oils by atomic absorption spectrometry», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом D02.03 «Элементный анализ» технического комитета ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного стандарта ASTM соответствующий ему межгосударственный стандарт, сведения о котором приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты» (по состоянию на 1 января текущего года), 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Назначение и применение 2
5 Аппаратура 2
6 Реактивы 2
7 Отбор проб 4
8 Подготовка аппаратуры 4
9 Калибровка (барий) 4
10 Проведение испытаний (барий) 5
11 Вычисления (барий) 5
12 Определение кальция 5
13 Определение магния 6
14 Определение цинка 6
15 Протокол испытаний 6
16 Контроль качества 6
17 Прецизионность и смещение 6
Приложение X1 (справочное) Управление контролем качества 9
Приложение X2 (справочное) Рекомендации по выполнению настоящего метода испытания 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам 12

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАСЛА СМАЗОЧНЫЕ

Определение содержания бария, кальция, магния и цинка методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Lubricating oils. Determination of barium, calcium, magnesium and zinc content by method of atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение содержания бария в диапазоне от 0,005 % масс. до 1,0 % масс., кальция и магния — в диапазоне от 0,002 % масс. до 0,3 % масс. и цинка — в диапазоне от 0,002 % масс. до 0,2 % масс в неиспользованных смазочных маслах.

1.2 Можно определять более высокое содержание металлов при соответствующем разбавлении. По настоящему методу можно также определить более низкое содержание металлов (бария, кальция, магния и цинка) на уровне примерно 10 ppm. Использование настоящего метода для определения такого низкого содержания должно быть согласовано между изготовителем и потребителем.

1.3 Смазочные масла, содержащие присадки, снижающие зависимость вязкости от температуры, могут давать заниженные результаты при выполнении калибровки с использованием стандартных образцов, не содержащих присадок, снижающих зависимость вязкости от температуры.

1.4 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. В настоящем стандарте другие единицы измерений не используют.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Специальные предупреждения приведены в 3.1, 6.3 и 8.1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

2.1 Стандарт ASTM[1)]:

ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения статистических методов контроля качества и построения контрольных карт для оценки характеристик аналитической системы измерений)

3 Сущность метода

3.1 Взвешивают образец и добавляют базовое масло до общей массы (0,25 ± 0,01) г, затем добавляют 50 см^3 раствора (соли калия в керосине), подавляющего ионизацию; полученную смесь перемешивают до полного растворения (**Предупреждение** — Опасен. Потенциально вреден и взрывоопасен). Стандартные образцы готовят аналогичным способом, добавляя при необходимости базовое масло

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.as[gost.e-ecolog.ru]оддержки клиентов ASTM: [gost.e-ecolog.ru]нформационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

для получения общей массы 0,25 г. Полученные растворы сжигают в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Используют пламя ацетилен/оксид азота(1) (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся. Пары опасны для здоровья).

4 Назначение и применение

4.1 В некоторые масла вводят металлосодержащие присадки, которые действуют как моющие средства, антиокислители, противоизносные средства и т. д. Некоторые присадки содержат один или несколько металлов — барий, кальций, цинк и магний. Используя настоящий метод, определяют содержание металлов и подтверждают наличие в масле присадки.

4.2 Некоторые металлы, содержащиеся в присадках в виде соединений, добавляемых к смазочным маслам, приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Смазочные материалы и присадки

Металл	Соединение	Назначение/применение
Барий	Сульфонаты, феноляты	Очищающие ингибиторы, ингибиторы коррозии, моющие средства, ингибиторы ржавления, жидкости автоматической трансмиссии
Кальций	Сульфонаты, феноляты	Очищающие ингибиторы, диспергаторы
Магний	Сульфонаты, феноляты	Очищающие ингибиторы
Цинк	Диалкилдитиофосфаты, дитиокарбаматы. Феноляты, карбоксилаты	Антиоксиданты, ингибиторы коррозии, противоизносные присадки, моющие средства, трансмиссионные масла, смазки гипоидных передач, масла для поршневых двигателей воздушных судов, турбинные масла, жидкости для автоматических коробок передач, масла для дизельных двигателей железнодорожных локомотивов, тормозные смазочные материалы

5 Аппаратура

5.1 Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

5.2 Аналитические весы.

5.3 Автоматическая мерная пипетка или градуированная пипетка класса А вместимостью 50 $см^3$.

5.4 Склянки с винтовым колпачком вместимостью 60 $см^3$.

Примечание 1 — Можно использовать мерные колбы или пластиковые бутылки.

5.5 Шейкер, механическая мешалка или ультразвуковая баня, обеспечивающие размещение склянок вместимостью 60 $см^3$.

6 Реактивы

6.1 Базовое масло, не содержащее металлов, с вязкостью приблизительно 4 сСт при 100 °С. Можно использовать нейтральное масло А100, обеспечивающее удовлетворительную растворимость стандартных образцов и присадок. Не следует использовать высокопарафинистые масла.

6.2 2-Этилгексановая кислота, не содержащая примесей металлов, мешающих определению.

6.3 Керосин, не содержащий примесей металлов (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся. Пары вредны для здоровья), с интервалом кипения от 170 °С до 280 °С при 100 кПа (1 атм). Если керосин-растворитель загрязнен, его можно очистить от примесей металлов, пропуская через аттапульгитовую глину.

Примечание 2 — Можно использовать другие растворители, например ксилол, метилэтилкетон (МЕК) и т. д., однако прецизионность, приведенная в разделе 16, была получена с использованием керосина.

Примечание 3 — Керосин, не содержащий примесей металлов, можно приобрести у поставщиков лабораторных реактивов, перед использованием его следует проверить на содержание металлов.

Примечание 4 — Удовлетворительные результаты были получены при использовании керосина Бейкера (дезодорированного), который обычно имеет значения температуры начала и конца кипения, 191 °С и 240 °С

соответственно, и типовой состав: содержание насыщенных углеводородов — 96,7 % об., олефинов — 0,1 % об., ароматических углеводородов — не более 3,2 % об. Если состав керосина, используемого оператором, существенно отличается от приведенного выше, возможна значительная погрешность определения.

6.4 Растворимые в масле металлосодержащие соединения[2)]

Готовят исходную смесь стандартного образца в базовом масле. Раствор (0,25 ± 0,01) г исходной смеси в 50 $см^3$ растворителя, содержащего соль калия для подавления ионизации, должен иметь значение (0,5 ± 0,1) единиц оптической плотности для каждого элемента — бария, кальция, магния и цинка — с использованием минимального расширения шкалы или поворота горелки. Содержание металлов в приготовленных смесях следует устанавливать с точностью до трех значащих цифр. Фактическое содержание металлов выбирают в соответствии с оптимальным рабочим диапазоном используемого прибора, в качестве примера можно использовать 0,4 % бария, 0,03 % кальция, 0,03 % магния и 0,06 % цинка. Для гомогенизации раствора исходную стандартную смесь нагревают и перемешивают.

Примечание 5 — В дополнение к калибровочным стандартам, указанным в 6.4, можно также приготовить калибровочные стандарты с одним или несколькими металлами из материалов, аналогичных анализируемым образцам, при условии, что содержание металлов в них в массовых процентах было установлено заранее независимым аналитическим методом (например, гравиметрическим или волюметрическим).

6.5 Раствор соли калия, подавляющий ионизацию, — раствор в керосине, содержащий растворимое в масле соединение калия [(2,0 ± 0,1) г калия на литр раствора].

Примечание 6 — Фактическое требуемое содержание калия зависит от источника калия, а также от условий работы прибора. Для определения требуемого содержания калия атомизируют растворы, содержащие 0; 500; 1000; 1500; 2000; 2500 и 3000 ppm калия, с добавлением 25 ppm бария и 5 ppm кальция в каждый. Строят график зависимости оптической плотности бария и кальция от содержания калия, как показано на рисунке 1. Минимальное требуемое содержание калия на графике выше изгиба кривых для бария и кальция.

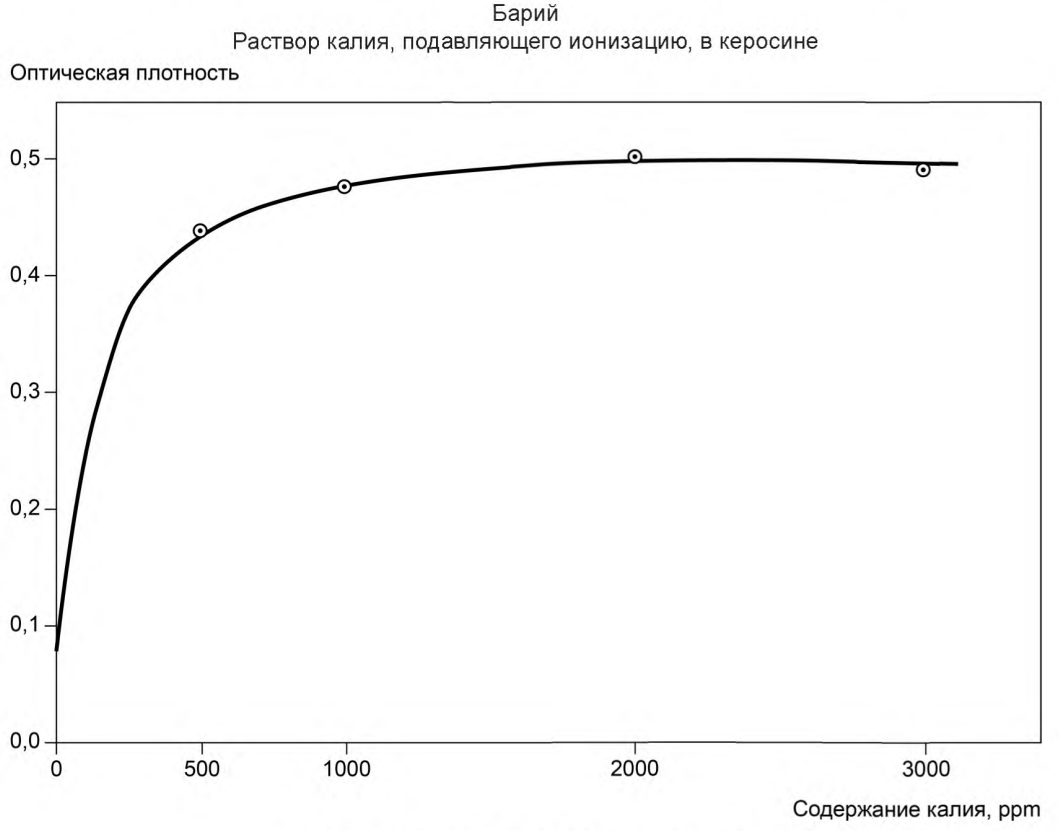

Рисунок 1 — График для бария и кальция

[2)] Для настоящего метода признаны удовлетворительными растворимые в масле металлосодержащие соединения, которые можно приобрести в National Institute of Standards and Technology, Office of Standard Reference Materials, Washington, DC 20234.

6.6 Рабочие стандартные образцы

Готовят образцы, помещая в шесть склянок вместимостью 60 $см^3$ каждая: 0,25 (в первую); 0,20 (во вторую); 0,15 (в третью); 0,10 (в четвертую); 0,05 (в пятую) и 0,00 г (в шестую) исходной смеси стандартного образца (6.4), взвешенного с точностью до трех значащих цифр, и добавляют 0,00; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 г базового масла, взвешенного с точностью до ± 0,01 г соответственно. Добавляют 50 $см^3$ раствора соли калия, подавляющего ионизацию (6.5), в каждую склянку и встряхивают или перемешивают для полного растворения.

Примечание 7 — Многие современные атомно-абсорбционные спектрофотометры могут сохранять в памяти 3—4 калибровочных стандартных образца. В таких случаях следуют инструкциям изготовителя, для того чтобы оптическая плотность неизвестного образца находилась в пределах линейной части используемого калибровочного диапазона.

6.7 Образцы контроля качества (QC) предпочтительно представляют собой порции одного или нескольких жидких нефтепродуктов, которые являются стабильными и представительными для анализируемых образцов. Образцы QC можно использовать для проверки правильности процедуры испытания, как приведено в разделе 16.

7 Отбор проб

Для получения представительного образца пробу перед отбором тщательно встряхивают.

8 Подготовка аппаратуры

8.1 Следуют инструкциям изготовителя при работе с атомно-абсорбционным спектрофотометром. Настоящий метод предполагает строгое соблюдение процедуры проведения испытаний. Из-за различий в конструкции спектрофотометров в настоящем стандарте нецелесообразно устанавливать подробные процедуры проведения испытаний (**Предупреждение —** Соответствующие процедуры проведения испытаний устанавливают для обеспечения безопасности, а также для получения достоверных результатов. При использовании несоответствующей рабочей процедуры и несоответствующей головки горелки из-за проскока пламени может произойти взрыв).

8.2 Для определения бария устанавливают лампу с полым катодом на барий и монохроматор с длиной волны 553,6 нм. Регулируют длину волны для обеспечения максимального выходного сигнала. Используют соответствующую головку горелки для ацетилена/оксида азота(I), регулируют пламя ацетилена/оксида азота(I). В приборах, где это применяется, при вводе стандартного образца (из 6) по 6.6 устанавливают максимальный коэффициент усиления на полной шкале.

8.3 Вводят в пламя стандартный раствор бария со скоростью примерно от 2,5 до 3 $см^3$. Для достижения максимального поглощения регулируют высоту пламени, угол наклона горелки и скорость потока ацетилена. Убеждаются, что стандартный образец (из 6) в 6.6 дает нулевую оптическую плотность, при необходимости выполняют соответствующие регулировки.

9 Калибровка (барий)

9.1 Вводят стандартный образец (из 1) по 6.6. При минимальном расширении шкалы или повороте горелки на приборе для измерения оптической плотности или альтернативном считывающем устройстве получают значение (0,5 ± 0,1).

9.2 Последовательно вводят стандартные образцы по 6.6 в пламя и регистрируют выходной сигнал (или фиксируют отклонения измерительного прибора). После каждого стандартного образца вводят растворитель.

9.3 Определяют чистую оптическую плотность каждого стандартного образца. Если выходной сигнал спектрофотометра по оптической плотности линейный, то чистую оптическую плотность определяют как разность между оптической плотностью стандартного образца или раствора образца и оптической плотностью растворителя. Если выходной сигнал спектрофотометра пропорционален пропусканию (т. е. интенсивности света), то чистую оптическую плотность вычисляют как $\log_{10} d_0/d_1$, где d_0 — отклонение при вводе растворителя, d_1 — отклонение при вводе стандартного образца или раствора образца.

9.4 Строят калибровочную кривую зависимости чистой оптической плотности от содержания бария (в мг/50 см^3 раствора, подавляющего ионизацию) в калибровочных стандартах.

Примечание 8 — Используя программное обеспечение, калибровочная кривая может быть автоматически вычислена и отображена на компьютере. В таком случае не требуется построения кривой вручную.

9.5 Калибровку следует выполнять перед анализом каждой группы образцов и после любого изменения параметров и режимов работы прибора. Показания также могут изменяться в течение коротких промежутков времени из-за образования отложений в щелевой горелке или распылителе. Поэтому для проверки калибровки при анализе серии образцов необходимо периодически вводить стандартный образец (проверку рекомендуется выполнять после анализа каждого пятого образца). Внешний вид пламени также может быть важным визуальным фактором изменения состояния аппарата.

9.6 По построенной калибровочной кривой для бария определяют угол наклона и точку пересечения с осью ординат. Полученные значения используют для определения содержания бария в испытуемых образцах. Проверяют, чтобы коэффициент регрессии для бария составлял не менее 0,99. В противном случае, выполняют повторную калибровку для бария.

10 Проведение испытаний (барий)

10.1 Помещают образец в склянку вместимостью 60 см^3 и определяют массу с точностью до трех значащих цифр. Массу образца выбирают таким образом, чтобы получить значение оптической плотности от 0,2 до 0,5. Добавляют базовое масло до получения общей массы (0,25 ± 0,01) г. Добавляют 50 см^3 раствора соли калия, подавляющего ионизацию (6.5), и растворяют содержимое склянки. Масса используемого образца должна быть не более 0,25 г и не менее 0,05 г.

10.1.1 В мутные образцы добавляют (0,25 ± 0,01) см^3 2-этилгексановой кислоты и встряхивают. Если образец становится прозрачным, то выполняют анализ и вносят поправку на разбавление, умножая полученный результат на 1,005. Если образец остается мутным, такой образец не пригоден для анализа по настоящему методу.

10.2 Образцы, дающие оптическую плотность более 0,5 даже при минимальном количестве образца, можно точно разбавить неиспользованным базовым маслом до соответствующей концентрации. Перед продолжением испытаний необходимо убедиться, что новый раствор является гомогенным, как указано в 10.1.

10.3 Вводят в аппарат раствор образца и определяют оптическую плотность. До и после снятия каждого показания вводят в аппарат растворитель.

11 Вычисления (барий)

11.1 По калибровочной кривой определяют содержание C, соответствующее измеренной оптической плотности. C — содержание бария в растворе образца, разбавленном раствором, поглощающим ионизацию.

11.2 Вычисляют в маслах содержание бария, % масс., по формуле

$$\text{Содержание бария} = \frac{CD}{10W}, \quad (1)$$

где C — масса металла, мг/50 см^3;

D — коэффициент разбавления, если проводили разбавление (см. 10.2);

W — масса образца, г/50 см^3.

Примечание 9 — Если получают линейную калибровочную кривую, содержание металла можно определить по формуле, а не по калибровочной кривой.

12 Определение кальция

12.1 Повторяют процедуры по разделам 7—10, заменяя барий на кальций, используя следующие условия.

12.1.1 Горелка с использованием ацетилена/оксида азота(I).

12.1.2 Лампа с полым катодом на кальций.

12.1.3 Монохроматор с длиной волны 422,7 нм.

13 Определение магния

13.1 Повторяют процедуры по разделам 7 — 10, заменяя барий на магний, используя следующие условия.

13.1.1 Горелка с использованием ацетилена/оксида азота(I).

13.1.2 Лампа с полым катодом на магний.

13.1.3 Монохроматор с длиной волны 285,2 нм.

14 Определение цинка

14.1 Повторяют процедуры по разделам 7—10, заменяя барий на цинк, используя следующие условия.

14.1.1 Горелка с использованием ацетилена/оксида азота(I).

14.1.2 Лампа с полым катодом на цинк.

14.1.3 Монохроматор с длиной волны 213,9 нм.

Примечание 10 — Несмотря на то, что настоящий метод предусмотрен для определения четырех элементов в одном образце, следует также рассмотреть последовательность процедур при анализе нескольких образцов. Ввод образца для определения его оптической плотности происходит очень быстро. Изменение длины волны и замена лампы занимает больше времени. Поэтому целесообразно выполнять измерения серии образцов на одной длине волны перед изменением условий.

15 Протокол испытаний

15.1 Если содержание металла более 0,1 %, результат записывают с точностью до трех значащих цифр.

15.2 Содержание бария от 0,005 % до 0,1 % и цинка, кальция и магния от 0,002 % до 0,1 % записывают с точностью до двух значащих цифр.

15.3 Содержание металла менее нижних пределов по 15.2 должно быть записано как «менее соответствующего нижнего предела».

16 Контроль качества

16.1 Для подтверждения рабочих характеристик аппарата и правильности выполнения метода испытания анализируют образец контроля качества (QC) (см. 6.7).

16.1.1 Если в испытательной лаборатории уже подготовлены протоколы контроля качества/обеспечения качества (QC/QA), их можно использовать для подтверждения достоверности результатов испытаний.

16.1.2 При отсутствии в испытательной лаборатории протокола контроля качества/обеспечения качества (QC/QA) можно использовать приложение X1 как систему QC/QA.

17 Прецизионность и смещение[3)]

17.1 Прецизионность настоящего метода определена статистической обработкой результатов межлабораторных сравнительных исследований.

17.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

[3)] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе исследовательского отчета RR:D02-1207.

Таблица 2 — Повторяемость

Металл	Диапазон, % масс.	Повторяемость
Барий	0,005—1,0	$0,0478X^{2/3}$
Кальций	0,002—0,3	$0,0227X^{2/3}$
Магний	0,002—0,3	$0,0168X^{2/3}$
Цинк	0,002—0,2	$0,0247X^{2/3}$
Кальций	1,7	0,032
Цинк	1,0	0,025

17.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 3, только в одном случае из двадцати.

Таблица 3 — Воспроизводимость

Металл	Диапазон, % масс.	Воспроизводимость
Барий	0,005—1,0	$0,182X^{2/3}$
Кальций	0,002—0,3	$0,0779X^{2/3}$
Магний	0,002—0,3	$0,0705X^{2/3}$
Цинк	0,002—0,2	$0,0537X^{2/3}$
Кальций	1,7	0,090
Цинк	1,0	0,048

Примечание 11 — Значения прецизионности для выборочных значений X приведены в таблице 4.

Примечание 12 — Значения прецизионности в разделе 17 были получены с использованием образцов, содержащих сравнительно высокое содержание металлов, и могут быть непредставительными для прецизионности при содержании металлов примерно 10 ppm.

Таблица 4 — Повторяемость и воспроизводимость

Содержание металла, % масс. (X)	Повторяемость	Воспроизводимость
Барий	$0,048X^{2/3}$	$0,182X^{2/3}$
0,01	0,002	0,008
0,05	0,007	0,025
0,10	0,011	0,039
0,50	0,031	0,115
1,0	0,049	0,182
Кальций	$0,0227X^{2/3}$	$0,0779X^{2/3}$
0,002	0,0004	0,0012
0,01	0,001	0,004
0,05	0,003	0,011
0,3	0,010	0,035

Окончание таблицы 4

Содержание металла, % масс. (*X*)	Повторяемость	Воспроизводимость
Магний	$0{,}0168X^{2/3}$	$0{,}0705X^{2/3}$
0,002	0,0003	0,011
0,01	0,001	0,003
0,05	0,002	0,009
0,3	0,008	0,032
Цинк	$0{,}0247X^{2/3}$	$0{,}0537X^{2/3}$
0,02	0,0004	0,0009
0,01	0,001	0,002
0,05	0,003	0,007
0,20	0,008	0,018

17.2 Смещение

17.2.1 Смещение не может быть установлено из-за отсутствия соответствующих стандартных материалов с известным составом.

17.2.2 Наличие присадок, снижающих зависимость вязкости от температуры, может привести к отрицательному смещению для одного или нескольких металлов. В межлабораторных сравнительных исследованиях было установлено, что это смещение является незначительным относительно воспроизводимости настоящего метода испытания и может быть сведено к минимуму при использовании меньшего количества образца (например, масса образца 0,050 г в смешанном масле) для масел, содержащих присадки, снижающие зависимость вязкости от температуры.

Приложение X1
(справочное)

Управление контролем качества

X1.1 Для подтверждения рабочих характеристик прибора и правильности выполнения процедуры испытания анализируют образец (образцы) QC.

X1.2 Перед контролем процесса измерения пользователь метода должен определить среднее значение и контрольные пределы образца QC (см. ASTM D 6299).

X1.3 Для определения статуса статистического контроля процедуры испытания (см. ASTM D 6299) регистрируют результаты контроля качества QC и анализируют с помощью контрольных карт или других статистически равноценных методов. Любые выпадающие контрольные данные должны инициировать исследование основной (основных) причины (причин). Результаты исследования могут, но не обязательно, указывать на необходимость повторной калибровки прибора.

Примечание X1.1 — При отсутствии установленных требований в настоящем методе этот раздел используют как руководство по частоте проверок QC.

X1.4 Частота проверок контроля качества зависит от критичности измеряемого свойства, подтвержденной стабильности процесса испытаний и требований пользователя. Обычно анализ образца QC выполняют ежедневно. При ежедневном анализе большого количества образцов частота проверок контроля качества QC должна быть увеличена. Если доказано, что испытание находится под статистическим контролем, частоту проверок контроля качества (QC) можно уменьшить. Для обеспечения качества данных следует периодически проверять соответствие прецизионности для образца QC прецизионности настоящего метода (см. ASTM D 6299).

X1.5 Рекомендуется, по возможности, чтобы тип образца QC был представителем регулярно анализируемого материала. Необходимо обеспечить достаточный запас материала образца QC на предполагаемый период использования, который должен быть однородным и стабильным при предполагаемых условиях хранения.

X1.6 Для более подробного руководства по контролю качества и контрольным картам см. сноску 3) и примечание X1.1.

Приложение Х2
(справочное)

Рекомендации по выполнению настоящего метода испытания

Х2.1 Многие смазочные масла содержат присадки, снижающие зависимость вязкости от температуры, и могут давать заниженные результаты, если калибровку выполняют с использованием стандартных образцов, не содержащих присадок, снижающих зависимость вязкости от температуры.

Х2.1.1 Влияние присадки, снижающей зависимость вязкости от температуры, можно устранить разбавлением образца или добавлением такой же присадки, снижающей зависимость вязкости от температуры, в калибровочные стандартные образцы. Последний способ обычно не используют на практике, поскольку для неизвестных образцов невозможно выбрать тип или определить содержание присадки, снижающей зависимость вязкости от температуры.

Х2.2 Стандартизуют прибор каждый раз при зажигании пламени. Выполняют калибровку (проверку) перед анализом каждой группы образцов и после любого изменения параметров и режимов работы аппарата. Показания также могут изменяться в течение коротких промежутков времени из-за образования отложений в щелевой горелке или распылителе.

Х2.3 Для проверки калибровки в процессе анализа серии образцов необходимо периодически вводить стандартный образец. Проверку рекомендуется выполнять после анализа каждого пятого образца.

Х2.4 Внешний вид пламени может быть полезным для выявления изменений состояния (условий испытания).

Х2.5 Ежедневно готовят рабочие калибровочные стандарты с низким содержанием металлов из исходных растворов с высоким содержанием (например, 500 или 1000 мг/кг).

Х2.6 Всегда выполняют холостое определение со всеми растворителями и другими реактивами, добавляемыми в стандартные образцы и испытуемые образцы.

Х2.7 При возможности используют вычитание фона для получения более надежных (стабильных) результатов.

Х2.8 Для предотвращения затруднений, связанных с регулировкой пламени, к испытуемым образцам и калибровочным стандартным образцам добавляют базовое масло, не содержащее примесей металлов, с вязкостью 4 сСт при 100 °С. Можно использовать нейтральное базовое масло А100. Не следует использовать высокопарафинистые масла.

Х2.9 Для образцов, которые содержат металлы, мешающие определению, можно использовать метод стандартных добавок.

Х2.10 Для получения достоверных результатов для калибровки используют метод взятия в вилку. Этот метод предполагает снятие показаний оптической плотности калибровочных растворов до и после испытания каждого раствора образца.

Х2.11 Используют соответствующие процедуры смешивания и отбора проб, особенно для высоковязких масел. Для обеспечения удовлетворительной текучести высоковязкие масла нагревают до необходимой температуры, затем гомогенизируют на встряхивающем аппарате.

Х2.12 Используют аналитические длины волн, установленные в методе испытания для измерения, поскольку они экспериментально определены как оптимальные и не подвержены влиянию спектральных помех.

Х2.13 Разбирают и очищают горелку в соответствии с графиком технического обслуживания в зависимости от частоты и условий использования.

Х2.14 Ежедневно проверяют распылитель на наличие повреждений или трещин и при необходимости заменяют.

А2.15 Ежедневно измеряют скорость потока в распылителе для проверки закупоривания. При несоответствующей скорости потока выполняют очистку распылителя.

Х2.16 При выполнении измерений регулируют скорость потока из-за образования отложений в горелке или распылителе с использованием контрольного стандартного образца.

Х2.17 Регулируют скорость потока газа при использовании пламени закиси азота/ацетилена для минимизации образования нагара в горелке. Регулярно выполняют очистку нагара с использованием острого инструмента. Образование нагара может создавать проблемы, особенно при анализе органических растворителей.

Х2.18 Предотвращают утечки ацетона из баллона с ацетиленом, контролируя изменение давления. Заменяют баллон, если давление достигает 50 psi.

Х2.19 Проверяют центрирование лампы с полым катодом перед анализом, следуя инструкциям изготовителя.

Х2.20 Очищают аппаратуру, стеклянное оборудование и т. д. для предотвращения загрязнения. Стеклянное оборудование выдерживают в теплом растворе разбавленной азотной кислоты (5 %-ной) в течение нескольких часов, затем тщательно промывают деионизированной водой.

X2.21 Проверяют линейность отклика концентрации/оптической плотности для каждого аналита, следуя инструкциям изготовителя прибора. Выполняют все определения для каждого диапазона. Готовят растворы стандартных образцов, соответствующих концентрациям линейного диапазона.

X2.22 Как можно более точно подбирают матрицу растворов стандартных образцов и растворов испытуемых образцов.

X2.23 Используют чистые растворители, не содержащие анализируемого металла. В методе испытания рекомендуют использовать керосин Бейкера (дезодорированный). Проверяют, чтобы растворители не содержали анализируемых металлов.

X2.24 Добавляют вещество, подавляющее ионизацию, ко всем применяемым растворам (стандартные образцы и испытуемые образцы), руководствуясь рекомендуемыми концентрациями. Определяют соответствующее содержание экспериментально с использованием рекомендаций настоящего метода. Добавляют вещество, подавляющее ионизацию, с таким же содержанием ко всем растворам стандартных образцов и испытуемых образцов, и поддерживают эти концентрации при разбавлении растворов.

X2.25 Сохраняют оптические плотности всех растворов в пределах линейного и калибровочного диапазонов. При необходимости разбавляют растворы образцов гравиметрически.

X2.26 Ввод образца для определения его оптической плотности происходит очень быстро. Изменение длины волны и замена лампы занимают больше времени. Поэтому целесообразно выполнять измерения серии образцов на одной длине волны перед изменением условий.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 6299	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.		

УДК 665.765+520.84:006.354 МКС 75.100 IDT

Ключевые слова: смазочные масла, атомно-абсорбционная спектрометрия, определение содержания бария, кальция, магния, цинка

БЗ 7—2016/10

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 05.04.2017. Подписано в печать 24.04.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 27 экз. Зак. 676.
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