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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 33092— 2014**

# НЕФТЕПРОДУКТЫ

## Определение цвета автоматическим трехцветным спектрофотометром

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», 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 Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-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 |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 485-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33092—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6045-12 («Стандартный метод определения цвета нефтепродуктов автоматическим трехцветным методом», IDT) Standard test method for color of petroleum products by the automatic tristimulus method.

Стандарт разработан комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», непосредственную ответственность за разработку метода несет подкомитет D02.03 «Элементный анализ».

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

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по стандартизации и метрологии.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», 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, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартинформ, 2015

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 Термины и определения . . . . . 2
4 Сущность метода . . . . . 2
5 Назначение и применение . . . . . 2
6 Аппаратура . . . . . 3
7 Реактивы и материалы . . . . . 3
8 Отбор проб . . . . . 4
9 Подготовка образца . . . . . 4
10 Проведение испытаний . . . . . 4
11 Протокол испытаний . . . . . 4
12 Прецизионность и смещение . . . . . 5
Приложения X (справочные) . . . . . 6
X1 Процедура подготовки стандартных образцов цвета . . . . . 6
X2 Основные процедуры калибровки . . . . . 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам . . . . . 12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# НЕФТЕПРОДУКТЫ

## Определение цвета автоматическим трехцветным спектрофотометром

Petroleum products. Test method for color by the automatic tristimulus spectrophotometer

Дата введения — 2016—07—01

## 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения цвета нефтепродуктов, таких как неокрашенные автомобильные и авиационные бензины, авиационное топливо для турбореактивных двигателей, нафта, керосин, медицинские белые масла, дизельные топлива, топочный мазут и смазочные масла, автоматическим трехцветным спектрофотометром. Результаты испытаний по настоящему стандарту сопоставимы с результатами испытаний по ASTM D 156 и ASTM D 1500.

Примечание 1 — При соответствующей подготовке пробы настоящий метод можно использовать для нефтяных парафинов, но они не исследовались в межлабораторных круговых испытаниях и прецизионность метода для парафинов не установлена.

1.2 Результаты испытаний по настоящему стандарту записывают в терминах метода по ASTM D 156 или ASTM D 1500.

1.3 Настоящий метод имеет полную корреляцию с методом по ASTM D 1500 для всего диапазона шкалы цвета по ASTM и с методом по ASTM D 156 для диапазона от 0 до плюс 30 шкалы цвета по Сейболту.

1.4 Настоящий стандарт не используют для испытаний твердых нефтепродуктов, содержащих краситель, и нефтепродуктов с высоким уровнем флуоресценции.

1.5 По настоящему стандарту не испытывают мутные образцы. Такие пробы перед испытанием фильтруют до получения прозрачных образцов.

1.6 Значения в единицах СИ рассматривают как стандартные. Другие единицы измерений в настоящий стандарт не включены.

1.7 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

## 2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

### 2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 156 Test method for Saybolt color of petroleum products (Saybolt chromometer method) [Метод определения цвета нефтепродуктов по Сейболту (метод с колориметром Сейболта)]

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

Издание официальное

ASTM D 1500 Test method for ASTM color of petroleum products (ASTM color scale) [Метод определения цвета нефтепродуктов по цветовой шкале ASTM (цветовая шкала ASTM)]

ASTM D 2500 Test method for cloud point of petroleum products (Метод определения температуры помутнения нефтепродуктов)

ASTM D 4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Практика по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM E 284 Terminology of appearance (Терминология внешнего вида)

ASTM E 308 Practice for computing the colors of objects by using the CIE system (Практика вычисления цвета объектов с использованием системы CIE)

**2.2 Стандарт энергетического института**

IP 17 Determination of colour — Lovibond tintometer (Определение цвета — Тинтометр Ловибонда)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 Определения**

3.1.1 **цвет по ASTM** (ASTM color): Наименование эмпирической шкалы для характеристики цвета жидкого нефтепродукта более темного, чем при определении цвета по Сейболту, со шкалой от 0,5 (самый светлый) до 8,0 Dil (самый темный), определяемой по ASTM D 1500.

3.1.2 **CIE** (Commission Internationale de l'Eclairage): Аббревиатура французского наименования Международной комиссии по освещению.

3.1.3 **стандартный источник света *C* в системе CIE** (CIE standard illuminant C): Колориметрический источник света, представляющий собой дневной свет с коррелированной цветовой температурой 6774 К, определяемой в системе CIE параметрами относительного спектрального распределения энергии.

3.1.4 **стандартный наблюдатель в системе CIE 1931** (CIE 1931 standard observer): Идеальный колориметрический наблюдатель (приемник излучения) с функциями соответствия цвета $x(\lambda)$, $y(\lambda)$, $z(\lambda)$, соответствующими полю зрения, образующему угол 2° на сетчатке глаза; обычно называют «2° стандартный наблюдатель».

3.1.5 **цвет по Сейболту** (Saybolt color): Наименование эмпирической шкалы для характеристики цвета очищенного жидкого нефтепродукта со шкалой от минус 16 (самый темный) до плюс 30 (самый светлый), определяемой по ASTM D 156.

3.1.6 **параметры трех основных цветов** (tristimulus values): Значения трех определенных цветовых параметров, необходимых для определения цвета.

3.1.6.1 Пояснение

В цветовой системе CIE они обозначены символами *X*, *Y* и *Z* (CIE *XYZ*).

## 4 Сущность метода

4.1 Образец в стеклянном контейнере помещают в луч света автоматического прибора. Измерение пропускания выполняют для определения параметров трех основных цветов анализируемой пробы в системе CIE (с использованием стандартного источника света *C* в системе CIE и стандартного наблюдателя в системе CIE 1931). Затем эти параметры инструментально преобразуют с помощью соответствующего алгоритма в значения цвета по Сейболту или по ASTM.

4.2 Цвет пробы регистрируют в терминах по ASTM D 156 или по ASTM D 1500.

## 5 Назначение и применение

5.1 Цвет нефтепродукта является важной качественной характеристикой, в основном используется для производственного контроля и легко наблюдается пользователем продукта. В некоторых случаях цвет может служить показателем степени очистки продукта. Если цвет конкретного продукта находится вне установленного диапазона, это может указывать на его возможное загрязнение другим продуктом. Однако цвет не всегда является надежным показателем качества продукта и не должен произвольно использоваться в спецификациях на продукты.

## 6 Аппаратура

6.1 Можно использовать любой прибор, параметры которого соответствуют 6.1.1 или 6.1.2.

**6.1.1 Спектрофотометр**

Используют спектрофотометр, соответствующий следующим требованиям.

6.1.1.1 Диапазон длин волн — 380—780 нм.

6.1.1.2 Рабочая ширина длины волны

Рабочая ширина светового потока из щели спектрофотометра должна быть (10 ± 2) нм или (5 ± 1) нм.

6.1.1.3 Линейность — ±0,5 % полной шкалы. Фотометрическая воспроизводимость — ±0,2 %.

6.1.1.4 Погрешность определения длины волны — ±1 нм.

6.1.1.5 Геометрические условия — нормальное освещение и детектирование. Отклонение светового потока от центральной линии не должно превышать 5°. Угол наклона центральной линии светового потока к нормальной линии поверхности пробы должен быть (0 ± 2)°.

6.1.1.6 Спектрофотометр должен обеспечивать вычисление параметров трех основных цветов (CIE *XYZ*) с использованием стандартного источника света *C* в системе CIE и стандартного наблюдателя в системе CIE 1931.

6.1.1.7 Можно использовать спектрофотометр, обеспечивающий получение результатов, сопоставимых с результатами на приборе, параметры которого установлены в 6.1.1.1—6.1.1.6.

6.1.2 Трехцветный колориметр — прибор, предназначенный для измерения цвета прозрачных жидкостей с высокой точностью. Прибор должен обеспечивать преобразование проходящего через пробу света (при нормальных условиях освещенности/детектирования) в значения параметров трех основных цветов (CIE *XYZ*) с использованием стандартного источника света *C* в системе CIE и стандартного наблюдателя в системе CIE 1931 в соответствии с ASTM E 308. Для получения эквивалентного инструментального значения цвета по ASTM и/или цвета по Сейболту следует использовать корреляцию между измеренными значениями параметров трех основных цветов и значениями цвета, полученными по ASTM D 1500 и ASTM D 156. Прибор должен обеспечивать автоматическое вычисление значений цвета по ASTM и/или по Сейболту (см. раздел 12).

**6.1.3 Измерительная ячейка**

Измерительная ячейка должна быть чистой, прозрачной, бесцветной и устойчивой к воздействию анализируемого нефтепродукта. Для измерения цвета по ASTM следует использовать измерительные ячейки с длиной оптического пути 33 мм, а для измерения значений по Сейболту — измерительные ячейки с длиной оптического пути 100 мм. Оператор должен следовать инструкциям и рекомендациям изготовителя прибора.

**6.2 Необогреваемая ультразвуковая ванна**

Ультразвуковая ванна подходящих размеров, обеспечивающая удерживание контейнера(ов) в ванне и эффективное разрушение и удаление из вязких образцов воздуха или пузырьков газа.

## 7 Реактивы и материалы

**7.1 Чистота реактивов**

Для испытаний используют реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комиссии по аналитическим реактивам Американского химического общества[1)]. Можно использовать реактивы другой квалификации при условии, что чистота реактива достаточна для получения установленной точности результатов испытания.

---

[1)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества — см. Analar Snandards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD. (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

7.2 Растворитель — керосин (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся. Пары вредны для здоровья), имеющий цвет не более +21 по шкале Сейболта при определении цвета по настоящему методу, или по ASTM D 156, или не более 1,5 по IP 17, метод В. Керосин используют для разбавления темных образцов при измерении цвета по шкале ASTM. Можно использовать другие растворители, такие как белое масло или нейтральный растворитель 100, чистота которых соответствует требованиям к цвету по 7.2.

## 8 Отбор проб

8.1 Отбор проб — по ASTM D 4057.

8.2 Для эффективного разрушения и удаления воздушных или газовых пузырьков, которые могут присутствовать в образцах вязких смазочных масел, образцы помещают на 10 мин в необогреваемую ультразвуковую ванну (см. 6.2).

## 9 Подготовка образца

### 9.1 Жидкие нефтепродукты, например смазочные масла

Если образец мутный, его нагревают до температуры на 6 °С (10 °F) выше температуры помутнения по ASTM D 2500 и определяют цвет при этой температуре. Если цвет образца темнее 8 по шкале ASTM, смешивают 15 объемов образца с 85 объемами керосина и определяют цвет смеси.

## 10 Проведение испытаний

### 10.1 Калибровка

Готовят спектрофотометр или трехцветный колориметр с тремя цветными фильтрами для работы в соответствии с инструкциями изготовителя.

10.1.1 Периодически подтверждают эксплуатационные характеристики прибора измерением цвета образцов по ASTM D 1500 и/или ASTM D 156. Подробная информация приведена в руководстве изготовителя прибора. Методика подготовки образцов приведена в приложении X1.

10.1.2 Основные калибровочные процедуры приведены в приложении X2.

### 10.2 Измерение

Помещают ячейку с образцом в прибор и выполняют измерение в соответствии с инструкциями изготовителя.

10.3 Регистрируют полученное значение цвета по ASTM или по Сейболту.

## 11 Протокол испытаний

11.1 Протокол испытаний должен содержать:

11.1.1 Цвет образца по Сейболту или по ASTM в соответствии со следующими правилами:

1) для результатов с десятичными числовыми значениями от X,1 до X,4 перед значением указывают большую букву «L» или символ < и заменяют десятичное значение на X,5 (например, для значений 3,1—3,4, цвет записывают L3,5 по шкале ASTM или < 3,5 по шкале ASTM);

2) для результатов с десятичными числовыми значениями X,5 записывают установленное значение (например, для значения 3,5 записывают цвет 3,5 по шкале ASTM);

3) для результатов с десятичными числовыми значениями X,6—X,9 перед значением указывают большую букву «L» или символ < и округляют до следующего большего целого значения (например, для 3,6—3,9 записывают как цвет L4 по шкале ASTM или цвет < 4 по шкале ASTM);

4) для результатов с десятичными числовыми значениями X,0 записывают установленное значение (например, для 4,0 записывают значение как цвет 4,0 по шкале ASTM);

5) для результатов более 8,0 записывают как D8 или > 8 по шкале ASTM.

11.1.2 Если образец был разбавлен в соответствии с 7.2, записывают цвет смеси с добавлением обозначения Dil (разбавленный образец), например цвет L7,5 Dil по шкале ASTM или цвет < 7,5 Dil по шкале ASTM (см. примечание 2).

Примечание 2 — Для образцов, разбавленных по 11.1.2, в протоколе примечанием к результатам испытаний допускается в произвольной форме указывать, что анализируемый образец был разбавлен.

11.1.3 Для разбавленных образцов в соответствии с 11.1.2 в протоколе испытаний в произвольной форме указывают, что анализируемый образец был разбавлен.

## 12 Прецизионность и смещение

12.1 Корреляция между неавтоматическими методами по ASTM D 156 с использованием цветовой шкалы Сейболта, ASTM D 1500 с использованием цветовой шкалы ASTM и автоматическим методом по настоящему стандарту была установлена в 1993 г. по результатам программы межлабораторных исследований десять образцов нефтепродуктов в пяти лабораториях. Данные приведены в отчете[1)].

### 12.2 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода получена статистической обработкой результатов межлабораторных исследований.

#### 12.2.1 Повторяемость *r*

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним 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 следующее значение только в одном случае из двадцати:

12.2.1.1 *r* — 0,14 единиц шкалы цвета по Сейболту (ASTM D 156).

12.2.1.2 *r* — 0,10 единиц шкалы цвета по ASTM (ASTM D 1500).

#### 12.2.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующее значение только в одном случае из двадцати:

12.2.2.1 *R*—1,24 (корреляция с методом по ASTM D 156).

12.2.2.2 *R*—0,48 (корреляция с методом по ASTM D 1500).

### 12.3 Смещение

12.3.1 Смещение результатов испытаний по настоящему стандарту и ASTM D 1500 отсутствует.

12.3.2 Смещение результатов испытаний по настоящему стандарту и ASTM D 156 в диапазоне от 0 до плюс 30 отсутствует. Установлено смещение для диапазона от 0 до минус 16.

---

[1)] Данные можно получить в ASTM International при запросе отчета RR:D02-1356.

**Приложения Х**
**(справочные)**

## Х1 Процедура подготовки стандартных образцов цвета

В настоящем приложении приведена информация о подготовке стандартных образцов цвета, изложенная в исследовательском отчете RR:D02–1356, которую можно использовать для периодических проверок (см. 10.1.1).

### Х1.1 Область применения

Х1.1.1 Настоящее приложение описывает процедуру подготовки стандартных образцов цвета по Сейболту и стандартных образцов цвета по ASTM.

### Х1.2 Нормативные ссылки

Х1.2.1 Стандарт IEC

IEC 867 Insulating liquids — Specifications for unused liquids based on synthetic aromatic hydrocarbons (Изоляционные жидкости. Спецификации на неиспользованные жидкости на основе синтетических ароматических углеводородов)

Х1.2.2 Стандарт Японии

JIS K 0510 High purity dodecane (Додекан высокой чистоты)

### Х1.3 Аппаратура

Х1.3.1 Аппаратура должна соответствовать техническим требованиям, установленным в 6.1—6.1.3.

Х1.3.1.1 Измерительные ячейки

Измерительные ячейки с длиной оптического пути 10, 33 и 100 мм.

Х1.3.1.2 Весы

Весы должны обеспечивать возможность считывания показаний с точностью не менее 0,1 мг.

Х1.3.1.3 Пипетка вместимостью 2 $см^3$.

Х1.3.1.4 Мерные колбы вместимостью 200 и 250 $см^3$.

Х1.3.1.5 Колбы Эрленмейера со стандартным коническим шлифом вместимостью 100 $см^3$.

Х1.3.1.6 Химический стакан вместимостью 50 $см^3$.

### Х1.4 Реактивы

Х1.4.1 Красители

Х1.4.1.1 3-Метил-1-фенил-4-(азофенил)-пиразол-5 ( далее — желтый 5GS-EX). Номер по реестру CAS (Химическая реферативная служба) — 4314-14-1.

Х1.4.1.2 1-(Азофенил)-2-нафталенол (оранжевый EX). Номер по реестру CAS — 842-07-9.

Х1.4.1.3 1,4 Бис(бутиламин)-9,10-антрацендион (голубой SB). Номер по реестру CAS — 17354-14-2.

Х1.4.1.4 1-[[4-[(диметилфенил)азо]диметилфенил]азо]-2-нафталенол (красный 5B-SP). Номер по реестру CAS — 1320-06-5.

Х1.4.1.5 1,5 (или 1,8)-Бис[(4-метилфенил)амино]-9,10-антрацендион (фиолетовый 3R). Номер по реестру CAS — 8005-40-1.

Х1.4.1.6 1-Гидрокси-4-[(4-метилфенил)амино]-9,10-антрацендион (фиолетовый B-2R). Номер по реестру CAS — 81-48-1.

Х1.4.1.7 1,4-Бис[(4-бутилфенил)амино]-5,8-дигидрокси-9,10-антрациндион (зеленый SG). Номер по реестру CAS — 28198-05-2.

Х1.4.2 Алкилдифенилэтан

Стабилизатор цвета алкилдифенилэтан по IEC 867 плотностью 0,9865—0,9877 $г/см^3$ при температуре 15 °С.

Х1.4.3 Додекан

Додекан по JIS K0510 или соответствующий составу, приведенному в таблице Х1.4.3.2, имеющий параметры трех основных цветов *XYZ* по Х1.4.3.1.

Х1.4.3.1 Спектральный коэффициент пропускания (значение с интервалами 5 нм) при 380—780 нм измеряют спектрофотометром (интервал измерения 5 нм, измерительная ячейка с длиной оптического пути 100 мм). Вычисляют параметры трех основных цветов *XYZ* по ASTM E 308 с использованием значения стандартного источника света *C* в системе CIE и стандартного наблюдателя в системе CIE 1931.

Х1.4.3.2 Состав додекана:

| Компонент | Содержание, % об. |
|---|---|
| Ундекан, не более | 0,2 |
| Додекан, не менее | 99,5 |
| Тридекан, не более | 0,2 |

X1.4.3.3 Значения параметров трех основных цветов додекана:

| Параметр основного цвета | Значение, не менее |
|---|---|
| *X* | 90,00 |
| *Y* | 92,00 |
| *Z* | 105,00 |

**X1.5 Процедура подготовки стандартных образцов цвета по Сейболту**

X1.5.1 Подготовка стандартных образцов цвета по Сейболту включает три следующих этапа:

1) подготовка раствора красителя;

2) подготовка раствора смешанного красителя цвета по Сейболту;

3) подготовка стандартного образца цвета по Сейболту.

X1.5.1.1 Подготовка и проверка раствора красителя:

1) В химическом стакане вместимостью 50 см$^3$ взвешивают (0,2500 ± 0,0005) г желтого 5GS-EX. Растворяют краситель в 20 см$^3$ алкилдифенилэтана, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доводят до метки алкилдифенилэтаном и тщательно перемешивают. Этот раствор называют раствором желтого красителя 5GS-EX.

2) Повторяют вышеуказанную процедуру для красителей оранжевого EX и голубого SB. Эти растворы называют растворами оранжевого красителя EX и голубого красителя SB.

3) Измеряют поглощение раствора красителя следующим образом: помещают 2 см$^3$ раствора желтого красителя 5GS-EX в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$. Доводят додеканом до метки и тщательно перемешивают. Повторяют эту процедуру для красителей оранжевого EX и голубого SB. Спектрофотометром (интервал — 5 нм, длина оптического пути измерительной ячейки 10 мм) с использованием додекана как раствора сравнения измеряют поглощение трех подготовленных растворов и сравнивают полученные значения со значениями, приведенными в таблице X1.1. Если они не соответствуют установленным значениям, повторно выполняют вышеуказанные процедуры.

Таблица X1.1 — Диапазон поглощения растворов красителей

| Раствор красителя | Длина волны, нм | Поглощение |
|---|---|---|
| Желтый 5GS-EX | 395 | 0,881—0,935 |
| Оранжевый EX | 465 | 0,519—0,541 |
| Голубой SB | 600 | 0,412—0,438 |
| | 645 | 0,465—0,494 |
| Красный 5 B-SP | 515 | 0,673—0,715 |
| Фиолетовый 3R | 545 | 0,337—0,358 |
| Фиолетовый B-2R | 585 | 0,332–0,353 |
| | 635 | 0,400—0,424 |
| Зеленый SG | 680 | 0,467—0,498 |

X1.5.1.2 Подготовка раствора смешанного красителя для шкалы цвета по Сейболту:

1) Помещают три приготовленных раствора красителей в количествах, приведенных ниже, в колбу Эрленмейера вместимостью 100 см$^3$ и перемешивают:

| Раствор красителя | Количество, г |
|---|---|
| желтый 5GS-EX | 30,000 ± 0,010 |
| оранжевый EX | 10,000 ± 0,005 |
| голубой SB | 1,000 ± 0,001 |

Помещают (5,000 ± 0,001) г полученного раствора в колбу Эрленмейера вместимостью 100 см$^3$, добавляют (45,000 ± 0,001) г додекана и тщательно перемешивают. Полученный раствор называют раствором смешанного красителя шкалы цвета по Сейболту.

X1.5.1.3 Подготовка и проверка стандартных образцов цвета по Сейболту:

1) В химическом стакане вместимостью 50 см$^3$ взвешивают массу раствора смешанного красителя цвета по Сейболту в соответствии с таблицей X1.2. Добавляют 20 см$^3$ додекана и перемешивают. Затем переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доводят додеканом до метки и тщательно перемешивают.

Таблица Х1.2 — Раствор смешанного красителя для шкалы цвета по Сейболту

| Стандартный образец цвета по Сейболту | Масса раствора смешанного красителя для шкалы цвета по Сейболту, г |
|---|---|
| S + 30 | 0,200 ± 0,001 |
| S + 25 | 0,472 ± 0,002 |
| S + 19 | 1,087 ± 0,002 |
| S + 15 | 1,724 ± 0,003 |
| S + 12 | 2,083 ± 0,004 |
| S0 | 4,545 ± 0,005 |
| S – 15 | 8,772 ± 0,010 |

2) Для каждого из семи вышеуказанных растворов измеряют пропускание в диапазоне 380—780 нм спектрофотометром (с интервалом 5 нм; измерительная ячейка с длиной оптического пути 100 мм).

3) Вычисляют параметр *Y* цветовой системы *XYZ* и координаты цветности *x*, *y* и *z* на основе спектрального коэффициента пропускания (значение с интервалами 5 нм) с использованием значения для стандартного источника света *C* в системе CIE и стандартного наблюдателя в системе CIE 1931 по ASTM E 308. Если значения *Y*, *x*, *y* и *z* соответствуют значениям по таблице Х1.3, образцы можно использовать в качестве стандартных образцов шкалы цвета по Сейболту S+30, S+25, S+19, S+15, S+12, S0 и S –15. Цвет по Сейболту этих стандартных образцов цвета составляет +30, +25, +19, +15, +12, 0 и –15 соответственно. Если значения *Y*, *x*, *y* и *z* не соответствуют значениям по таблице Х1.3, повторяют вышеуказанную процедуру.

Таблица Х1.3 — Значения цветового параметра для стандартных образцов шкалы цвета по Сейболту

| Шкала цвета по Сейболту | Стандартный образец цвета по Сейболту | Значение цветового параметра *Y* | Координаты цветности | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | *x* | *y* | *z* |
| +30 | S+30 | 93,0—99,0 | 0,311—0,316 | 0,321—0,326 | 0,358—0,368 |
| +25 | S+25 | 92,0—98,0 | 0,316—0,322 | 0,327—0,335 | 0,343—0,357 |
| +19 | S+19 | 91,0—97,0 | 0,325—0,332 | 0,342—0,350 | 0,318—0,333 |
| +15 | S+15 | 89,0—96,0 | 0,337—0,342 | 0,358—0,365 | 0,298—0,305 |
| +12 | S+12 | 87,0—92,0 | 0,342—0,348 | 0,366—0,373 | 0,279—0,297 |
| 0 | S0 | 83,0—89,0 | 0,376—0,383 | 0,411—0,419 | 0,198—0,213 |
| –15 | S – 15 | 77,0—84,0 | 0,418—0,426 | 0,460—0,466 | 0,108—0,122 |

Х1.5.1.4 Процедура подготовки стандартных образцов цвета по ASTM

Подготовка стандартных образцов шкалы цвета по ASTM включает три этапа:

- подготовку раствора красителя по перечислениям 1)—3);
- подготовку раствора смешанного красителя шкалы цвета по ASTM по перечислению 4);
- подготовку стандартного образца шкалы цвета по ASTM (Х1.5.1.5).

1) Подготовка раствора красителя

В химическом стакане вместимостью 50 см$^3$ взвешивают (0,2500 ± 0,0005) г желтого красителя 5GS-EX и растворяют его в 20 см$^3$ алкилдифенилэтана. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$, доводят алкилдифенилэтаном до отметки и тщательно перемешивают. Полученный раствор называют раствором желтого красителя 5GS-EX.

2) Повтор процедуры для оранжевого EX, голубого SB, красного 5B-SP, фиолетового SR, фиолетового B-2R и зеленого SG красителей

Полученные растворы называют растворами оранжевого красителя EX, голубого красителя SB, красного красителя 5B-SP, фиолетового красителя 3R, фиолетового красителя B-2R и зеленого красителя SG.

3) Определение поглощения раствора красителя

Помещают 2 см$^3$ раствора желтого красителя 5GS-EX в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, доводят додеканом до метки и тщательно перемешивают. Аналогично добавляют додекан к растворам шести других красителей и тщательно перемешивают. Спектрофотометром (с интервалом 5 нм, измерительная ячейка с длиной оптического

пути 10 мм) с использованием додекана для контроля или раствора сравнения измеряют поглощение семи приготовленных растворов и сравнивают полученные значения со значениями, приведенными в таблице Х1.1. Если поглощение не соответствует приведенным значениям, повторно выполняют вышеуказанную процедуру.

4) Подготовка раствора смешанного красителя для шкалы цвета по ASTM

В колбе Эрленмейера вместимостью 100 см$^3$ смешивают взвешенные количества подготовленных растворов красителей в соответствии с таблицей Х1.4. Смеси называют растворами смешанных красителей шкалы цвета по ASTM М1, М3, М5 и М7.

Таблица Х1.4 — Растворы смешанных красителей для шкалы цвета по ASTM

| Раствор красителя | Раствор смешанного красителя шкалы цвета по ASTM, г | | | |
|---|---|---|---|---|
| | М1 | М3 | М5 | М7 |
| Желтый 5GS-EX | (42,000 ± 0,010) | (40,000 ± 0,010) | (40,000 ± 0,010) | (36,600 ± 0,010) |
| Оранжевый EX | (5,200 ± 0,005) | (5,800 ± 0,005) | (11,600 ± 0,005) | (10,600 ± 0,005) |
| Голубой SB | (0,400 ± 0,001) | (0,400 ± 0,001) | — | (0,200 ± 0,001) |
| Красный 5B-SP | — | (1,400 ± 0,001) | (2,000 ± 0,001) | (2,600 ± 0,001) |
| Фиолетовый 3R | (2,600 ± 0,001) | (1,200 ± 0,001) | (3,200 ± 0,001) | (2,200 ± 0,001) |
| Фиолетовый B-2R | — | (0,800 ± 0,001) | (1,600 ± 0,001) | (3,200 ± 0,001) |
| Зеленый SG | (0,600 ± 0,001) | (0,800 ± 0,001) | (1,600 ± 0,001) | (0,600 ± 0,001) |

Х1.5.1.5 Подготовка и проверка стандартных образцов цвета по ASTM

1) В химическом стакане вместимостью 50 см$^3$ взвешивают определенную массу раствора смешанного красителя шкалы цвета по ASTM в соответствии с таблицей Х1.5. Добавляют 20 см$^3$ додекана и перемешивают. Затем переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см$^3$. Доводят додеканом до метки и тщательно перемешивают.

Таблица Х1.5 — Стандартные образцы шкалы цвета по ASTM

| Стандартный образец цвета по ASTM | Образец смешанного раствора красителя шкалы цвета по ASTM | Масса, г |
|---|---|---|
| А1 | М1 | (2,467 ± 0,001) |
| А3 | М3 | (12,987 ± 0,006) |
| А5 | М5 | (23,956 ± 0,010) |
| А7 | М7 | (41,822 ± 0,020) |

2) Измеряют пропускание в диапазоне от 380 до 780 нм для четырех растворов, подготовленных по перечислению 1) Х1.5.1.5 с использованием спектрофотометра (с интервалом 5 нм, длина оптического пути измерительной ячейки 33 мм).

3) Вычисляют параметр *Y* цветовой системы *XYZ* и координаты цветности *x*, *y* и *z* по ASTM E 308 на основании измеренного коэффициента спектрального пропускания (значения с интервалом 5 нм) с использованием стандартного источника цвета *C* в системе CIE и стандартного наблюдателя в системе CIE 1931. Если значения *Y*, *x*, *y* и *z* соответствуют значениям таблицы Х1.6, образец можно использовать как стандартный образец шкалы цвета по ASTM А1, А3, А5 или А7. Номера этих стандартных образцов цвета по ASTM: 1,0, 3,0, 5,0 и 7,0 соответственно. Если значения *Y*, *x*, *y* и *z* не соответствуют значениям в таблице Х1.6, повторяют вышеуказанные процедуры.

Таблица Х1.6 — Параметры для стандартных образцов А1, А3, А5 и А7 цвета по ASTM

| Цвет по ASTM | Стандартный образец цвета по ASTM | Цветовой параметр *Y* | Координаты цветности | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | *x* | *y* | z |
| 1,0 | А1 | 71,0—83,0 | 0,390—0,402 | 0,427—0,439 | 0,149—0,183 |
| 3,0 | А3 | 27,0—35,0 | 0,533—0,545 | 0,449—0,461 | 0,000—0,019 |
| 5,0 | А5 | 6,9—9,3 | 0,616—0,628 | 0,372—0,384 | 0,000—0,013 |
| 7,0 | А7 | 1,2—2,0 | 0,684—0,696 | 0,303—0,315 | 0,000—0,012 |

X1.5.1.6 При помещении стандартных образцов цвета по ASTM в измерительные ячейки с длиной оптического пути 33 мм значения стандартных образцов шкалы цвета по ASTM A1, A3, A5 и A7, установленные в настоящем стандарте, соответствуют значениям 1,0, 3,0, 5,0 и 7,0 стандартных стеклянных образцов шкалы цвета по ASTM.

X1.5.1.7 Хранение стандартных образцов цвета

Готовые стандартные образцы цвета по Сейболту и стандартные образцы цвета по ASTM хранят в склянках из коричневого стекла с завинчивающимися крышками. Склянки оборачивают черной тканью и хранят в темном прохладном месте.

1) Периодическая проверка стандартных образцов цвета

Следует периодически проверять качество сохраняемых стандартных образцов цвета. Стандартные образцы цвета по Сейболту проверяют по X1.5.3, образцы цвета по ASTM — по X1.5.5. Образец не используют, если при проверке установлено, что цветовой параметр *Y* стандартного образца и координаты цветности *x* и *y* не соответствуют значениям таблицы X1.3 для стандартных образцов цвета по Сейболту или значениям таблицы X1.6 — для стандартных образцов цвета по ASTM.

## X2 Основные процедуры калибровки

### X2.1 Измерение цвета по Сейболту

X2.1.1 Используемая аппаратура должна соответствовать требованиям 6.1—6.1.3.

X2.1.1.1 Построение калибровочной кривой

Измерение параметров стандартных образцов цвета по Сейболту.

1) Выполняют настройку, калибровку и стандартизацию прибора в соответствии с инструкцией изготовителя прибора.

2) Заполняют измерительную ячейку додеканом и получают значения параметров трех основных цветов (см. X1.4.3).

Примечание X2.1 — Следует использовать ячейку с длиной оптического пути 100 мм, так как ячейка с более короткой длиной оптического пути может не обеспечить требуемую чувствительность.

3) Повторяют процедуру для каждого стандартного образца цвета по Сейболту [см. X1.5.1.1,перечисление 3)].

X2.1.1.2 Преобразование параметров трех основных цветов стандартных образцов цвета по Сейболту в значения шкалы цвета по Сейболту.

1) Психрометрический индекс $L^*$ и психроматические координаты цвета $a^*$ и $b^*$ шкалы цвета CIE 1976 $L^*a^*b^*$ вычисляют по значениям координат цвета додекана и координат цвета стандартного образца цвета по Сейболту в соответствии с ASTM E 308 по формулам:

$$L^* = 116\,(Y/100)^{1/3} - 16; \quad \text{(X2.1)}$$

$$a^* = 500\,[(X/98.072)^{1/3} - (Y/100)^{1/3}]; \quad \text{(X2.2)}$$

$$b^* = 200\,[(Y/100)^{1/3} - (Z/118,225)^{1/3}], \quad \text{(X2.3)}$$

где $X$, $Y$ и $Z$ — значения координат цвета додекана или стандартного образца цвета по Сейболту.

2) Разность цвета $\Delta E^*ab$ между додеканом и стандартным образцом цвета по Сейболту вычисляют по формуле

$$\Delta E^*ab = [(L^*_1 - L^*_0)^2 + (a^*_1 - a^*_0)^2 + (b^*_1 - b^*_0)^2]^{1/2}, \quad \text{(X2.4)}$$

где $\Delta E^*ab$ — разность цвета между стандартным образцом по шкале цвета по Сейболту и додеканом;

$L^*_1$ — психрометрическая яркость света стандартного образца цвета по Сейболту;

$a^*_1, b^*_1$ — психрометрические координаты цветности стандартного образца цвета по Сейболту;

$L^*_0$ — психрометрическая яркость света додекана;

$a^*_0, b^*_0$ — психрометрические координаты цветности додекана.

Строят калибровочный график зависимости разности цвета $\Delta E^*ab$ от значения по шкале цвета Сейболта.

3) Для измерительных ячеек с длиной оптического пути 100 мм используют формулу

$$S = \alpha + \beta/(\log \Delta E^*ab - \tau), \quad \text{(X2.5)}$$

где $S$ — значение цвета по Сейболту;

$\Delta E^*ab$ — разность цвета между стандартным образцом цвета по Сейболту и додеканом;

$\alpha$ — поправочная константа пересечения (обычно равна 51,1);

$\beta$ — поправочная константа наклона (обычно равна 44,5);

$\tau$ — поправочная константа (обычно равна 2,55).

X2.1.1.3 Процедура измерения цвета испытуемой пробы по Сейболту:

1) Пробу для испытания получают, используя представительный образец по ASTM D 4057, или по аналогичному методу.

2) Мутную пробу фильтруют через бумажный фильтр до прозрачного состояния.

3) Получают параметры цветности испытуемой пробы и преобразовывают их в значения $L^*a^*b^*$ по Х2.1.1.1, перечисление 2), — Х2.1.1.2 . Затем по формуле Х2.4 вычисляют разность $\Delta E^*ab$ между додеканом и испытуемой пробой.

4) Определяют значение цвета образца по Сейболту до первого десятичного знака от различия цвета, полученного как указано выше с использованием калибровочной кривой по Х2.1.1.2.

**Х2.2 Измерение цвета по ASTM**

**Х2.2.1 Подготовка калибровочной кривой**

Измерение параметров трех основных цветов стандартного образца цвета по ASTM.

Х2.2.1.1 Выполняют настройку, калибровку и стандартизацию прибора в соответствии с инструкцией изготовителя прибора.

Х2.2.1.2 Заполняют измерительную ячейку стандартным образцом цвета по ASTM и получают значения параметров цветности [см. Х1.5.1.5, перечисления 2) и 3)].

Примечание Х2.2 — Следует использовать измерительную ячейку с длиной оптического пути 33 мм. Ячейка с другой длиной оптического пути может не обеспечить требуемую чувствительность.

Х2.2.1.3 Повторяют вышеуказанную процедуру для каждого стандартного образца цвета по ASTM (см. Х1.5.1.5).

**Х2.2.2 Преобразование цветовых координат в значения шкалы цвета по ASTM**

Х2.2.2.1 Сумму оптических плотностей $\Sigma D$ вычисляют по параметрам координат цвета стандартного образца по шкале цвета ASTM по формуле

$$\Sigma D = DX + DY + DZ, \qquad (Х2.6)$$

где $DX$ равно — $\log_{10}(X/X_n)$;

$DY$ равно — $\log_{10}(Y/Y_n)$;

$DZ$ равно — $\log_{10}(Z/Z_n)$;

$X$, $Y$, $Z$ — параметры координат цвета стандартного образца по шкале цвета ASTM;

$X_n$, $Y_n$, $Z_n$ — параметры координат цвета стандартного источника света со степенью освещенности $C$;

$X_n$ — равно 98,072;

$Y_n$ — равно 100,000;

$Z_n$ — равно 118,225.

Х2.2.2.2 Строят калибровочный график зависимости суммы оптических плотностей стандартного образца цвета по ASTM от значения шкалы цвета по ASTM. Значение шкалы цвета по ASTM $A$ в зависимости от суммы оптических плотностей определяют по формуле

$$A = \alpha + \beta \times \Sigma D, \qquad (Х2.7)$$

где $\Sigma D$ — сумма оптических плотностей;

$\alpha$ — поправочная константа пересечения (обычно = 0,25);

$\beta$ — поправочная константа наклона (обычно = 0,8695).

**Х2.2.3 Процедура измерения цвета пробы по ASTM**

Х2.2.3.1 Пробу для испытания получают, используя представительный образец по ASTM D 4057, или по аналогичному стандарту.

Х2.2.3.2 Получают значения параметров цветов испытуемой пробы (Х2.2.1.2) и преобразовывают их в сумму оптических плотностей по Х2.2.2.1.

Х2.2.3.3 Определяют значение цвета пробы по ASTM до первого десятичного знака с использованием калибровочной кривой по Х2.2.2.2.

Х2.2.3.4 Если значение цвета пробы по ASTM превышает 8, разбавляют пробу растворителем и анализируют эту смесь. Соотношение объема пробы к объему растворителя должно быть 15:85.

**Приложение ДА**
**(справочное)**

## Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
|---|---|---|
| ASTM D 156-12 | — | * |
| ASTM D 1500-12 | — | * |
| ASTM D 2500-11 | — | * |
| ASTM D 4057-13 | — | * |
| ASTM E 284-06 | — | * |
| ASTM E 308-13 | — | * |
| * Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов. | | |

УДК 665.71:535.651.3:006.354 МКС 75.080 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, определения цвета автоматическим трехцветным спектрофотометром

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.М. Малахова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 31.07.2015. Подписано в печать 28.08.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 38 экз. Зак. 2891.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru