

Нефтепродукты

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦВЕТА ПОСРЕДСТВОМ
АВТОМАТИЗИРОВАННОГО ИЗМЕРЕНИЯ
КООРДИНАТ ЦВЕТНОСТИ**

Нафтапрадукты

**МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ КОЛЕРУ ПРАЗ
АЎТАМАТЫЗАВАНАЕ ВЫМЯРЭННЕ
КААРДЫНАТ КОЛЕРНАСЦІ**

(ASTM D 6045-04, IDT)

Издание официальное

БЗ 12-2009



Госстандарт
Минск

Ключевые слова: цвет по ASTM, автоматический колориметр, определение цвета, цвет нефтепродуктов, координаты цветности

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 8 декабря 2009 г. № 67

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 6045-04 Standard Test Method for Color of Petroleum Products by the Automatic Tristimulus Method (Стандартный метод определения цвета нефтепродуктов посредством автоматического измерения координат цветности).

ASTM D 6045-04 разработан комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.05 по свойствам топлив, нефтяного кокса и углеродных материалов.

В стандарт внесено редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM D с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2010

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода.....	2
5 Значение и применение метода.....	2
6 Аппаратура	2
7 Реактивы и материалы.....	3
8 Отбор проб	4
9 Подготовка пробы	4
10 Проведение испытания	4
11 Протокол испытания.....	4
12 Точность и отклонение	5
Приложения X (обязательные).....	6
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту	13

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦВЕТА ПОСРЕДСТВОМ
АВТОМАТИЗИРОВАННОГО ИЗМЕРЕНИЯ КООРДИНАТ ЦВЕТНОСТИ**Нафтапрадукты**
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ КОЛЕРУ ПРАЗ
АЎТАМАТЫЗАВАНАЕ ВЫМЯРЭННЕ КААРДЫНАТ КОЛЕРНАСЦІ

Petroleum products
Determination of color by automatic tristimulus method

Дата введения 2010-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод автоматического определения цвета различных нефтепродуктов, включая неокрашенные автомобильные и авиационные бензины, авиационные топлива для турбореактивных двигателей, нефть, керосин, медицинское белое масло, дизельное топливо, печное топливо и смазочные масла, посредством измерения координат цветности. Данный метод связан с методами испытания по ASTM D 156 и ASTM D 1500 корреляционной зависимостью, рассчитываемой инструментально.

Примечание 1 – При соответствующем обращении с пробами метод настоящего стандарта может применяться для нефтяных парафинов, однако для данных продуктов межлабораторные испытания не проводились и точность метода для них не установлена.

1.2 Результаты испытания, полученные при выполнении метода настоящего стандарта, записывают в виде результатов, соответствующих ASTM D 156 или ASTM D 1500.

1.3 Для данного метода установлено точное соответствие методу по ASTM D 1500 в пределах всей цветовой шкалы ASTM и методу по ASTM D 156 в диапазоне значений цвета по Сейболту от 0 до +30.

1.4 Данный метод не применяется для испытания твердых продуктов, окрашенных нефтепродуктов и нефтепродуктов с повышенной флуоресценцией.

1.5 Метод настоящего стандарта не применяется для испытания мутных продуктов. Перед проведением испытания пробы таких продуктов следует профильтровать.

1.6 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением, если они существуют. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение техники безопасности, охрану здоровья человека и определение границ применимости стандарта до начала его применения.

2 Нормативные ссылки**2.1 Стандарты ASTM ¹⁾:**

ASTM D 156-07a Стандартный метод определения цвета нефтепродуктов по Сейболту (метод определения на хромометре Сейболта)

ASTM D 1500-07 Стандартный метод определения цвета нефтепродуктов по ASTM (по цветовой шкале ASTM)

ASTM D 2500-09 Стандартный метод определения температуры помутнения нефтепродуктов

ASTM D 4057-06 Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную

ASTM E 284-09a Терминология, касающаяся внешнего вида

¹⁾ Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM www.astm.org или получить в службе работы с потребителями по адресу service@astm.org. Информацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

ASTM E 308-08 Руководство по расчету колориметрических координат объектов с использованием системы МКО

2.2 Стандарт Института энергии:

IP 17/03 Определение цвета. Колориметр Ловибонда ²⁾

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 цвет по ASTM (ASTM color): Обозначение по эмпирической шкале для выражения цвета жидкого нефтепродукта (имеющего более темный цвет, чем цвет по шкале Сейболта), определяемого по ASTM 1500, в единицах шкалы от 0,5 (самый светлый цвет) до 8 Dil (самый темный цвет).

3.1.2 МКО (CIE): Аббревиатура наименования Международной комиссии по освещению (Internationale de l'Eclairage) (ASTM E 284).

3.1.3 стандартное излучение МКО типа С (CIE standard illuminant C): Колориметрическое излучение, соответствующее естественному усредненному дневному свету с коррелированной цветовой температурой 6 744 К, относительное спектральное распределение которого стандартизировано МКО (ASTM E 284).

3.1.4 стандартный наблюдатель МКО 1931 г. (CIE 1931 standard observer): Идеальный наблюдатель, колориметрические характеристики которого соответствуют функциям сложения $x(\lambda)$, $y(\lambda)$, $z(\lambda)$, с угловым полем зрения 2°; указанный наблюдатель обычно обозначается как «2° стандартный наблюдатель» (ASTM E 284).

3.1.5 цвет по Сейболту (Saybolt color): Обозначение по эмпирической шкале для выражения цвета светлого нефтепродукта, определяемого по ASTM 156, в единицах шкалы от минус 16 (самый темный цвет) до плюс 30 (самый светлый цвет) (ASTM E 284).

3.1.6 координаты цвета (tristimulus values): Количества трех основных цветовых стимулов в заданной трехцветной колориметрической системе.

3.1.6.1 В системе МКО указанные координаты обозначаются символами X, Y, Z (ASTM E 284).

4 Сущность метода

4.1 Пробу вводят в стеклянный сосуд, который помещают в световой поток автоматического прибора. Для определения координат цвета МКО (при стандартном излучении МКО типа С и стандартном наблюдателе МКО 1931 г.) выполняется измерение значений коэффициента пропускания. Данные значения затем инструментально преобразуются с использованием соответствующего алгоритма в значения цвета по Сейболту или цвета по ASTM.

4.2 Цвет пробы записывают в протокол испытания в виде значения, соответствующего результату определения по ASTM D 156 или ASTM D 1500.

5 Значение и применение метода

5.1 Определение цвета нефтепродуктов используется главным образом в целях производственного контроля. Цвет также является важной качественной характеристикой, поскольку он может быть легко установлен потребителем продукта. В некоторых случаях цвет может служить показателем степени очистки продукта. Если цветовой диапазон определенного продукта известен, отличие цвета продукта от установленного диапазона указывает на возможное загрязнение другим продуктом. Однако цвет не всегда является показателем качества продукта и требования к нему следует устанавливать не для всех продуктов.

6 Аппаратура

6.1 Для проведения испытания по методу настоящего стандарта может использоваться прибор, указанный в 6.1.1 или 6.1.2.

6.1.1 Спектрофотометр

Спектрофотометр, используемый в настоящем методе, должен иметь характеристики, указанные ниже.

²⁾ «Методы анализа и испытаний» имеются в наличии в институте энергии, 61 New Cavendish St., London, WIG 7AR, U.K.

6.1.1.1 Диапазон длин волн: 380 – 780 нм.**6.1.1.2 Эффективная спектральная ширина**

Эффективная спектральная ширина потока излучения из щели спектрофотометра должна составлять (10 ± 2) нм или (5 ± 1) нм.

6.1.1.3 Линейность: $\pm 0,5$ % по всей шкале. Воспроизводимость фотометрической шкалы: $\pm 0,2$ %.

6.1.1.4 Погрешность установки длины волны: ± 1 нм.

6.1.1.5 Геометрические параметры

Испытания проводят при нормальном освещении и наблюдении. В световом пучке не должно быть лучей, образующих с центральной линией угол в 5 и более градусов. Угол наклона центральной линии пучка по отношению к нормальной линии поверхности пробы должен составлять $(0 \pm 2)^\circ$.

6.1.1.6 В спектрофотометре должна быть предусмотрена возможность расчета координат цвета (МКО XYZ) для стандартного излучения МКО типа С и стандартного наблюдателя МКО 1931 г.

6.1.1.7 Спектрофотометр, обеспечивающий получение результатов определения, сопоставимых с результатами, получаемыми с использованием описанного в 6.1.1 – 6.1.1.6 прибора, отвечает требованиям настоящего стандарта.

6.1.2 Трехстимульный фильтровой колориметр

Трехстимульный фильтровой колориметр представляет собой прибор, сконструированный для высокоточных измерений цвета прозрачных жидкостей. Прибор должен обеспечивать преобразование света, проходящего через пробу (при нормальном освещении/нормальном наблюдении), в координаты цвета (МКО XYZ) для стандартного излучения МКО типа С и стандартного наблюдателя МКО 1931 г. в соответствии с ASTM E 308. Для получения эквивалентных инструментальных значений цвета по ASTM или цвета по Сейболту должна использоваться корреляционная зависимость между измеренными координатами цвета и значениями цвета, определяемыми по ASTM D 1 500 и (или) ASTM D 156. Прибор должен обеспечивать автоматическое определение цвета по ASTM и (или) по Сейболту.^{3), 4)}

6.1.3 Кювета для пробы

Следует использовать чистую кювету для пробы, изготовленную из прозрачного, бесцветного и стойкого к воздействию анализируемых нефтепродуктов материала. Установлено, что кюветы с длиной оптического пути 33 мм могут использоваться для определения цвета по ASTM, кюветы с длиной оптического пути 100 мм – для определения цвета по Сейболту. Оператор должен соблюдать процедуру определения и рекомендации, установленные изготовителем прибора.

7 Реактивы и материалы**7.1 Чистота реактивов**

Во всех испытаниях следует использовать химически чистые реактивы. Если не указано иное, предполагается, что все реактивы должны соответствовать требованиям технических условий Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, в котором данные технические условия имеются в наличии.⁵⁾ Допускается использовать реактивы другой степени чистоты, если предварительно установлено, что степень чистоты данных реактивов достаточно высокая и при их использовании не уменьшается точность определения.

³⁾ Трехстимульный фильтровой колориметр Minolta CT320 соответствует требованиям настоящего стандарта. Единственным поставщиком колориметров, известным комитету в настоящее время, является Konica Minolta Photo Imaging U.S.A., Inc., Instruments Systems Division, 725 Darlington Ave., Mahwah, NJ 07430. Если известны другие поставщики, можно предоставить данную информацию в штаб-квартиру ASTM. Эта информация будет внимательно рассмотрена на заседании ответственного технического комитета, на котором можно присутствовать.

⁴⁾ Подтверждающие материалы имеются в наличии в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1356.

⁵⁾ «Химические реактивы. Технические условия Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества», Washington, DC. Рекомендации по испытанию реактивов, не указанных Американским химическим обществом, см. в следующих изданиях: «Стандартные образцы Analab для лабораторий, химические реактивы», BDH Ltd., Poole, Dorset, U. K., «Фармакопея США и Национальный фармакологический справочник», Конвенция по фармакопее США, Inc. (USPC), Rockville, MD.

7.2 Растворитель

Керосин (**предупреждение** – горючее вещество, вдыхание паров вредно), цвет которого не темнее цвета +21 по Сейболту, определяемого по методу настоящего стандарта или ASTM D 156, или соответствует цвету 1,5, определяемому по методу В стандарта IP 17. Данный растворитель используется для разбавления темных продуктов при определении цвета по ASTM. Допускается также использовать другие растворители, например белое масло или дистиллятное масло селективной очистки 100 достаточной степени чистоты, соответствующие по цвету требованиям, установленным в настоящем разделе.

8 Отбор проб

8.1 Отбор пробы проводят в соответствии с ASTM D 4057.

9 Подготовка пробы

9.1 Жидкие нефтепродукты (например, смазочные масла)

Если продукт непрозрачный, то его нагревают до температуры, превышающей на 6 °C (10 °F) температуру помутнения (см. ASTM D 2500), и отмечают цвет при данной температуре. Если цвет пробы темнее цвета 8 по ASTM, то пробу смешивают с керосином в объемном соотношении 15 : 85 и проводят испытание полученной смеси.

10 Проведение испытания

10.1 Калибровка

Подготавливают спектрофотометр или трехстимульный цветовой колориметр для проведения определения в соответствии с инструкциями изготовителя.

10.1.1 Правильность функционирования приборов проверяют периодическими измерениями образцов цвета по шкале, соответствующей ASTM D 1500 и (или) ASTM D 156. Подробное описание данной процедуры приведено в документации изготовителя прибора. Метод приготовления соответствующих образцов приведен в приложении X1.

10.1.2 Основные процедуры калибровки приведены в приложении X2.

10.2 Проведение измерения

Ячейку, заполненную пробой, помещают в прибор и проводят измерение в соответствии с инструкциями изготовителя.

10.3 Записывают значение цвета по ASTM или значение цвета по Сейболту.

11 Протокол испытания

11.1 Записывают в протокол испытания данные, указанные ниже.

11.1.1 Записывают результат определения цвета пробы как цвет по Сейболту с округлением до ближайшего целого или цвет по ASTM с учетом следующих правил:

(1) результаты с десятичными значениями от 1 до 4 (от x,1 до x,4) записывают с большой буквой «L» или символом «<» перед ними, заменяя десятичное значение на 5 (x,5) (например, результаты со значениями 3,1 – 3,4 записывают в протокол как цвет L3,5 по ASTM или цвет <3,5 по ASTM);

(2) результаты с десятичным значением 5 (x,5) записывают в установленной форме (например, результат со значением 3,5 записывают в протокол как цвет 3,5 по ASTM);

(3) результаты с десятичными значениями от 6 до 9 (от x,6 до x,9) записывают с большой буквой «L» или символом «<» перед ними, округляя до ближайшего более высокого целого значения (например, результаты со значениями 3,6 – 3,9 записывают в протокол как цвет L4,0 по ASTM или цвет <4,0 по ASTM);

(4) результаты с десятичным значением 0 (x,0) записывают в установленной форме (например, результат со значением 4,0 записывают в протокол как цвет 4,0 по ASTM);

(5) результаты со значениями более 8 записывают в протокол как цвет D8 по ASTM или цвет >8 по ASTM.

11.1.2 Если проба была разбавлена растворителем (7.2), записывают цвет смеси, указывая после него сокращение Dil, например цвет L7,5 Dil по ASTM или цвет <7,5 Dil по ASTM (см. примечание 2).

Примечание 2 – При разбавлении проб (11.1.2) лаборатории допускается приводить в протоколе любые примечания, если при этом до получателя сведений будет ясно доводиться информация о разбавлении пробы.

11.1.3 Если пробу перед испытанием профильтровали, то в протокол добавляют слова «проба профильтрована».

12 Точность и отклонение

12.1 Корреляционная зависимость между цветом по Сейболту (определяемым визуальным методом по ASTM D 156), цветом по ASTM (определяемым визуальным методом по ASTM D 1500) и автоматическим методом настоящего стандарта установлена при проведении совместной программы с участием пяти лабораторий, анализировавших десять нефтепродуктов. Результаты были получены в 1993 году, подробные данные и статистическая обработка хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International.⁴⁾

12.2 Точность

Точность настоящего метода определена в результате статистической обработки результатов межлабораторных испытаний следующим образом.

12.2.1 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже.

12.2.1.1 $r = 0,14$ единиц цвета по Сейболту (метод по ASTM D 156).

12.2.1.2 $r = 0,10$ единиц цвета по ASTM (метод по ASTM D 1500).

12.2.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытания, полученными разными операторами в разных лабораториях с идентичным испытуемым продуктом в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже.

12.2.2.1 $r = 1,24$ единиц цвета по Сейболту (корреляция с методом по ASTM D 156).

12.2.2.2 $r = 0,48$ единиц цвета по ASTM (корреляция с методом по ASTM D 1500).

12.3 Отклонение

12.3.1 Отклонение в корреляции между настоящим методом и методом по ASTM D 1500 отсутствует.

12.3.2 Отклонение в корреляции между настоящим методом и методом по ASTM D 156 в диапазоне значений цвета от 0 до +30 отсутствует. Отклонение существует в диапазоне значений цвета от 0 до минус 16.

Приложения X
(обязательные)

X1 Метод приготовления стандартных образцов цвета

Введение

В настоящем приложении приведено описание метода приготовления стандартных образцов цвета, указанных в исследовательском отчете RR:D02-1356. ⁴⁾ Метод данного приложения может применяться для приготовления стандартных образцов, используемых для периодических проверок (см. 10.1.1).

X1.1 Область распространения

X1.1.1 В настоящем приложении приведен метод приготовления стандартных образцов цвета по Сейболту и ASTM.

X1.2.1 Нормативные ссылки

X1.2.1.1 Стандарт МЭК:

IEC 867 Изолирующие жидкости. Технические требования к товарным жидкостям на основе синтетических ароматических углеводородов ⁶⁾

X1.2.1.2 Промышленный стандарт Японии:

JIS K 0510 Додекан с высокой степенью чистоты ⁷⁾

X1.3 Аппаратура

X1.3.1 Аппаратура должна отвечать техническим требованиям, установленным в 6.1 – 6.1.3.

X1.3.1.1 Кюветы с длиной оптического пути 10, 33 и 100 мм.

X1.3.1.2 Весы, обеспечивающие считывание показаний с дискретностью не более 0,1 мг.

X1.3.1.3 Пипетка вместимостью 2 мл.

X1.3.1.4 Мерные колбы вместимостью 200 и 250 мл.

X1.3.1.5 Колбы Эрленмейера со стандартным конусным соединением вместимостью 100 мл.

X1.3.1.6 Химический стакан вместимостью 50 мл.

X1.4 Реактивы

X1.4.1 Красители

X1.4.1.1 3-Метил-1-фенил-4-(фенилазо)-пиразол-5-ол (далее по тексту – желтый краситель Yellow 5GS-EX). Регистрационный номер CAS (регистрационный номер химической реферативной службы) 4314-14-1.

X1.4.1.2 1-(Фенилазо)-2-нафталенол (оранжевый краситель Orange EX). Регистрационный номер CAS 842-07-9.

X1.4.1.3 1,4-Бис(бутиламино)-9,10-антрацендион (голубой краситель Blue SB). Регистрационный номер CAS 17354-14-2.

X1.4.1.4 1-[[4-[(Диметилфенил)азо]диметилфенил]азо]-2-нафталенол (красный краситель Red 5B-SP). Регистрационный номер CAS 1320-06-5.

X1.4.1.5 1,5 (или 1,8)-Бис[(4-метилфенил)амино]-9,10-антрацендион (фиолетовый краситель Violet 3R). Регистрационный номер CAS 8005-40-1.

X1.4.1.6 1-Гидрокси-4-[(4-метилфенил)амино]-9,10-антрацендион (фиолетовый краситель Violet B-2R). Регистрационный номер CAS 81-48-1.

X1.4.1.7 1,4-Бис[(4-бутилфенил)амино]-5,8-дигидрокси-9,10-антрацендион (зеленый краситель Green SG). Регистрационный номер CAS 28198-05-2.

X1.4.2 Алкилдифенилэтан

Используют алкилдифенилэтан, указанный в МЭК 867, с плотностью 0,986 5 – 0,987 7 г/см³ при 15 °C.

⁶⁾ Имеется в наличии в Национальном институте стандартизации США (ANSI), 25 West 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

⁷⁾ Имеется в наличии в Японской ассоциации по стандартизации (JSA), 4-1-24 Akasaka Minato-Ku, Tokyo, 107-8440, Japan.

X1.4.3 Додекан

Используют додекан, отвечающий требованиям JIS K0510, или додекан с составом, указанным в X1.4.3.2, и координатами цвета XYZ, указанными в X1.4.3.3.

X1.4.3.1 Необходимо измерить спектрофотометром (выделяемый спектральный интервал: 5 нм, кювета: 100 мм) спектральный коэффициент пропускания (значения через интервалы 5 нм). Координаты цвета X, Y, Z рассчитывают с использованием значений для стандартного излучения МКО типа С и стандартного наблюдателя 1931 г. в соответствии с ASTM E 308:

X1.4.3.2 Состав додекана (единица измерения: объемный %)

Компонент	Содержание
Ундекан	не более 0,2
Додекан	не менее 99,5
Тридекан	не более 0,2

X1.4.3.3 Координаты цвета додекана

Координата	Норма
X	не менее 90,00
Y	не менее 92,00
Z	не менее 105,00

X1.5 Процедура приготовления стандартных образцов цвета по Сейболту

X1.5.1 Процедура приготовления стандартных образцов цвета по Сейболту состоит из следующих трех этапов:

- (1) приготовление раствора красителя;
- (2) приготовление раствора смесового красителя;
- (3) приготовление стандартного образца цвета по Сейболту.

X1.5.1.1 Приготовление и проверка раствора красителя

(1) Взвешивают $(0,250 \pm 0,0005)$ г желтого красителя Yellow 5GS-EX в химическом стакане вместимостью 50 мл. Растворяют краситель в 20 мл алкилдифенилэтана, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, добавляют алкилдифенилэтан до метки и хорошо перемешивают. Далее по тексту данный раствор будет упоминаться как раствор желтого красителя Yellow 5GS-EX.

(2) Повторяют описанную выше процедуру для оранжевого красителя Orange EX и голубого красителя Blue SB. Далее по тексту данные растворы будут упоминаться как раствор оранжевого красителя Orange EX и раствор голубого красителя Blue SB.

(3) Проверяют поглощение растворов красителей следующим образом.

Переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл раствор желтого красителя Yellow 5GS-EX объемом 2 мл. Добавляют додекан до метки и тщательно перемешивают. В других колбах аналогичным образом готовят растворы оранжевого красителя Orange EX и голубого красителя Blue SB. Определяют поглощение трех приготовленных растворов на спектрофотометре (спектральная ширина: 5 нм, кювета: 10 мм), используя в качестве раствора сравнения додекан, и сравнивают их со значениями, приведенными в таблице X1.1. Если полученные значения не соответствуют нормам, растворы готовят заново.

Таблица X1.1 – Диапазоны поглощения растворов красителей

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

X1.5.1.2 Приготовление раствора смесового красителя

(1) Взвешивают три приготовленных раствора в количествах, указанных ниже, и смешивают их в колбе Эрленмейера вместимостью 100 мл.

Раствор красителя	Количество, г
Желтый краситель Yellow 5GS-EX	$30,000 \pm 0,010$
Оранжевый краситель Orange EX	$10,000 \pm 0,005$
Голубой краситель Blue SB	$1,000 \pm 0,001$

Взвешивают ($5,000 \pm 0,001$) полученного раствора и помещают его в колбу Эрленмейера вместимостью 100 мл. Добавляют ($45,000 \pm 0,001$) г додекана и тщательно перемешивают. Далее по тексту данный раствор будет упоминаться как раствор смесового красителя.

X1.5.1.3 Приготовление и проверка стандартных образцов цвета по Сейболту

(1) Взвешивают раствор смесового красителя в количестве, указанном в таблице X1.2, и переносят его в химический стакан вместимостью 50 мл. Добавляют 20 мл додекана и перемешивают. Затем переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, добавляют додекан до метки и тщательно перемешивают.

Таблица X1.2 – Раствор смесового красителя

Образец цвета по Сейболту	Необходимое количество раствора смесового красителя, г
S + 30	$0,200 \pm 0,000$ 1
S + 25	$0,472 \pm 0,002$
S + 19	$1,087 \pm 0,002$
S + 15	$1,724 \pm 0,003$
S + 12	$2,083 \pm 0,004$
S0	$4,545 \pm 0,005$
S – 15	$8,772 \pm 0,010$

(2) Измеряют на спектрофотометре (выделяемый спектральный интервал: 5 нм, кювета: 100 мм) коэффициент пропускания в диапазоне от 380 до 780 нм для каждого из семи указанных выше растворов.

(3) Рассчитывают значение координаты цвета Y в колориметрической системе XYZ и координаты цветности x, y и z, используя спектральный коэффициент пропускания (значения через интервалы 5 нм) и значения для стандартного излучения МКО типа С и стандартного наблюдателя 1931 г., в соответствии с ASTM E 308. Если значения Y, x, y и z соответствуют нормам, приведенным в таблице X1.3, то растворы могут использоваться в качестве стандартных образцов цвета по Сейболту S + 30, S + 25, S + 19, S + 15, S + 12, S0 и S – 15. Цвет по Сейболту указанных образцов будет составлять соответственно +30, +25, +19, +15, +12, 0 и –15. Если значения Y, x, y и z не соответствуют нормам, приведенным в таблице X1.3, приготовление стандартных образцов проводят заново.

Таблица X1.3 – Требования к стандартным образцам цвета по Сейболту

Цвет по Сейболту	Образец цвета по Сейболту	Координата цвета 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

X1.5.1.4 Процедура приготовления стандартных образцов цвета по ASTM

Процедура приготовления стандартных образцов цвета по ASTM состоит из следующих трех этапов:

- (1) приготовление раствора красителя;
- (2) приготовление раствора смесового красителя;
- (3) приготовление стандартного образца цвета по ASTM.

Приготовление раствора красителя

(1) Взвешивают $(0,250 \pm 0,0005)$ г желтого красителя Yellow 5GS-EX в химическом стакане вместимостью 50 мл. Растворяют краситель в 20 мл алкилдифенилэтана, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, добавляют алкилдифенилэтан до метки и тщательно перемешивают. Далее по тексту данный раствор будет упоминаться как раствор желтого красителя Yellow 5GS-EX.

(2) Повторяют описанную выше процедуру для оранжевого красителя Yellow EX, голубого красителя Blue SB, красного красителя Red 5B-SP, фиолетового красителя Violet SR, фиолетового красителя Violet B-2R и зеленого красителя Green SG соответственно. Далее по тексту данные растворы будут упоминаться как раствор оранжевого красителя Yellow EX, раствор голубого красителя Blue SB, раствор красного красителя Red 5B-SP, раствор фиолетового красителя Violet SR, раствор фиолетового красителя Violet B-2R и раствор зеленого красителя Green SG.

(3) Проверяют поглощение растворов красителей следующим образом:

Переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл раствор желтого красителя Yellow 5GS-EX объемом 2 мл. Добавляют додекан до метки и тщательно перемешивают. Аналогичным образом добавляют додекан в растворы остальных шести красителей и тщательно перемешивают. Определяют поглощение семи приготовленных растворов на спектрофотометре (спектральная ширина: 5 нм, кювета: 10 мм), используя в качестве раствора сравнения додекан, и проверяют поглощение на соответствие нормам, приведенным в таблице X1.1. Если значения поглощения не соответствуют нормам, растворы готовят заново.

Приготовление раствора смесового красителя

Взвешивают семь приготовленных растворов в количествах, указанных в таблице X1.4, и смешивают их в колбе Эрленмейера вместимостью 100 мл. Полученные растворы смешанных красителей цвета ASTM обозначают M1, M3, M5 и M7.

Таблица X1.4 – Требования к стандартным образцам цвета по ASTM

Раствор красителя	Координаты цветности			
	M1	M3	M5	M7
Желтый краситель Yellow 5GS-EX	$42,000 \pm 0,010$	$40,000 \pm 0,01$	$40,000 \pm 0,010$	$36,600 \pm 0,010$
Оранжевый краситель Orange EX	$5,200 \pm 0,005$	$5,800 \pm 0,005$	$11,600 \pm 0,005$	$10,600 \pm 0,005$
Голубой краситель Blue SB	$0,400 \pm 0,001$	$0,400 \pm 0,001$	—	$0,200 \pm 0,001$
Красный краситель Red 5B-SP	—	$1,400 \pm 0,001$	$2,000 \pm 0,001$	$2,600 \pm 0,001$
Фиолетовый краситель Violet 3R	$2,600 \pm 0,001$	$1,200 \pm 0,001$	$3,200 \pm 0,001$	$2,200 \pm 0,001$
Фиолетовый краситель Violet B-2R	—	$0,800 \pm 0,001$	$1,600 \pm 0,001$	$3,200 \pm 0,001$
Зеленый краситель Green SG	$0,600 \pm 0,001$	$0,800 \pm 0,001$	$1,600 \pm 0,001$	$0,600 \pm 0,001$

X1.5.1.5 Приготовление и проверка стандартных образцов цвета ASTM

(1) Взвешивают раствор смесового красителя в количестве, указанном в таблице X1.5, и переносят его в химический стакан вместимостью 50 мл. Добавляют 20 мл додекана и перемешивают. Затем переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, добавляют додекан до метки и тщательно перемешивают.

Таблица X1.5 – Характеристики стандартных образцов цвета по ASTM

Образец цвета по ASTM	Раствор смесового красителя	Количество, г
A1	M1	$2,467 \pm 0,001$
A3	M3	$12,987 \pm 0,006$
A5	M5	$23,956 \pm 0,010$
A7	M7	$41,822 \pm 0,020$

(2) Измеряют на спектрофотометре (спектральная ширина: 5 нм, кювета: 33 мм) коэффициент пропускания в диапазоне длин волн от 380 до 780 нм для каждого из четырех растворов, приготовленных в соответствии с X1.5.5.1.

(3) Рассчитывают значение координаты цвета Y в колориметрической системе XYZ и координаты цветности x, y и z, используя спектральный коэффициент пропускания (значения через интервалы 5 нм) и значения для стандартного излучения МКО типа С и стандартного наблюдателя 1931 г., в соответствии с ASTM E 308. Если значения Y, x, y и z соответствуют нормам, приведенным в таблице X1.6, то растворы могут использоваться в качестве стандартных образцов цвета по ASTM (A1, A3, A5 и A7).

Цвет по ASTM указанных стандартных образцов обозначается 1,0, 3,0, 5,0 и 7,0 соответственно. Если значения Y, x, y и z не соответствуют нормам, приведенным в таблице X1.6, приготовление стандартных образцов проводят заново.

Таблица X1.6 – Характеристики стандартных образцов цвета по ASTM (A1, A3, A5 и A7)

Цвет по ASTM	Образец цвета по ASTM	Координата цвета Y	Координаты цветности		
			x	y	z
1,0	A1	71,0 – 83,0	0,390 – 0,402	0,427 – 0,439	0,149 – 0,183
3,0	A3	27,0 – 35,0	0,533 – 0,545	0,449 – 0,461	0,000 – 0,019
5,0	A5	6,9 – 9,3	0,616 – 0,628	0,372 – 0,384	0,000 – 0,013
7,0	A7	1,2 – 2,0	0,684 – 0,696	0,303 – 0,315	0,000 – 0,012

X1.5.1.6 Стандартные образцы цвета по ASTM (A1, A3, A5 и A7) после внесения в кюветы толщиной 33 мм соответствуют стеклянным цветовым эталонам со значениями цвета 1,0, 3,0, 5,0, 7,0 по ASTM, установленным в стандарте на метод испытания.

X1.5.1.7 Хранение стандартных образцов цвета

Приготовленные образцы цвета по Сейболту и ASTM следует хранить в коричневых бутылках с навинчивающимися крышками. Бутылки должны быть упакованы в черные пакеты и храниться в прохладном темном месте.

Периодические проверки стандартных образцов цвета

Хранящиеся стандартные образцы цвета необходимо периодически проверять из-за возможного ухудшения их характеристик. Используют процедуру, описанную в X1.5.3, для проверки образцов цвета по Сейболту и процедуру, описанную в X1.5.5, для проверки образцов цвета по ASTM. Если результаты проверки показывают, что координата цвета Y стандартного образца цвета и координаты цветности x, y и z не соответствуют нормам, приведенным в таблице X1.3 для стандартных образцов цвета по Сейболту и таблице X1.6 для стандартных образцов цвета по ASTM, то образцы использовать не допускается.

X2 Основной метод калибровки

X2.1 Измерение цвета по Сейболту

X2.1.1 Аппаратура должна отвечать техническим требованиям, установленным в 6.1 – 6.1.3.

X2.1.1.1 Построение калибровочной кривой

Измерение координат цвета стандартных образцов цвета по Сейболту.

(1) Проводят настройку, калибровку и проверку прибора в соответствии с инструкциями, установленными изготовителем прибора.

(2) Заполняют кювету додеканом и определяют координаты цвета (см. X1.4.3).

Примечание X2.1 – Рекомендуется, но не обязательно, использовать кювету с длиной оптического пути 100 мм. Кювета с меньшей длиной оптического пути не всегда обеспечивает необходимую чувствительность.

(3) Выполняют описанную выше процедуру для каждого стандартного образца цвета по Сейболту. [См. X1.5.1.1 (3)].

X2.1.1.2 Преобразование координат цвета стандартных образцов цвета по Сейболту в числовое значение цвета по Сейболту

(1) Соответствующие психроматический индекс L^* и воспринимаемые координаты цветности a^* и b^* другой колориметрической системы ($L^*a^*b^*$) МКО 1976 г. рассчитывают, используя координаты цвета додекана и координаты цвета стандартного образца цвета по Сейболту, в соответствии с ASTM E 308 следующим образом:

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

$$a^* = 500 [(X / 98,072)^{1/3} - (Y / 100)^{1/3}], \quad (X2.2)$$

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

где X, Y и Z – координаты цвета додекана или стандартного образца цвета по Сейболту.

(2) Цветовое различие ΔE^*ab между додеканом и стандартным образцом цвета по Сейболту рассчитывают по следующей формуле:

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

где ΔE^*ab – цветовое различие между додеканом и стандартным образцом цвета по Сейболту;
 L^*_1 – воспринимаемая светлота стандартного образца цвета по Сейболту;
 a^*_1, b^*_1 – воспринимаемые координаты цветности стандартного образца цвета по Сейболту;
 L^*_0 – воспринимаемая светлота додекана;
 a^*_0, b^*_0 – воспринимаемые координаты цветности додекана.

Калибровочную кривую получают путем построения графика зависимости цветового различия ΔE^*ab от численного значения цвета по Сейболту.

(3) Для кювет с длиной оптического пути 100 мм применяют следующую зависимость:

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

где S – численное значение цвета по Сейболту;
 ΔE^*ab – цветовое различие между додеканом и стандартным образцом цвета по Сейболту;
 α – корректирующая постоянная отрезка, отсекаемого на координатной оси (обычно = 51,1);
 β – корректирующая постоянная угла наклона (обычно = 44,5);
 τ – корректирующая постоянная (обычно = 2,55).

X2.1.1.3 Процедура измерения численного значения цвета по Сейболту испытуемой пробы

(1) Пробу для испытания отбирают, используя метод отбора вторичных проб, приведенный в ASTM D 4057, или соответствующий ему метод.

(2) Если проба мутная, ее фильтруют, периодически заменяя фильтровальную бумагу для качественного анализа, до исчезновения мутности.

(3) Находят координаты цвета испытуемой пробы и переводят их в координаты $L^*a^*b^*$ в соответствии с X2.1.1.1(2) – X2.1.1.2. Затем по формуле X2.4 рассчитывают ΔE^*ab между додеканом и испытуемой пробой.

(4) По калибровочной кривой, построенной в соответствии с X2.1.1.2, определяют численное значение цвета по Сейболту пробы с точностью до одного десятичного знака, используя рассчитанное значение цветового различия.

X2.2 Измерение цвета по ASTM

X2.2.1 Построение калибровочной кривой

Измерение координат цвета стандартных образцов цвета по ASTM.

X2.2.1.1 Проводят настройку, калибровку и проверку прибора в соответствии с инструкциями, установленными изготовителем прибора.

X2.2.1.2 Заполняют кювету стандартным образцом цвета по ASTM и находят координаты цвета [см. X1.5.1.5 (2) и (3)].

Примечание X2.2 – Рекомендуется, но не обязательно, использовать кювету с длиной оптического пути 33 мм. Кювета с иной длиной оптического пути не всегда обеспечивает необходимую чувствительность.

X2.2.1.3 Выполняют описанную выше процедуру для каждого стандартного образца цвета по ASTM (см. X1.5.1.5).

X2.2.2 Преобразование координат цвета в цвет по ASTM

X2.2.2.1 Рассчитывают сумму оптических плотностей ΣD , используя координаты цвета стандартного образца цвета ASTM, по следующей формуле:

$$\Sigma D = DX + DY + DZ, \quad (X2.6)$$

где ΣD – сумма оптических плотностей;

$$DX = -\log_{10}(X/X_n);$$

$$DY = -\log_{10}(Y/Y_n);$$

$$DZ = -\log_{10}(Z/Z_n);$$

X, Y, Z – координаты цвета стандартного образца цвета ASTM;

X_n, Y_n, Z_n – координаты цветности стандартного излучения типа C:

$$X_n = 98,072;$$

$$Y_n = 100,000;$$

$$Z_n = 118,225.$$

X2.2.2.2 Калибровочную кривую получают путем построения графика зависимости суммы оптических плотностей стандартных образцов цвета по ASTM от численных значений цвета по ASTM. Зависимость между численным значением цвета по ASTM и суммой оптических плотностей может быть выражена следующей формулой:

$$A = \alpha + \beta \times \Sigma D, \quad (\text{X2.7})$$

где A – численное значение цвета по ASTM;

ΣD – сумма оптических плотностей;

α – корректирующая постоянная отрезка, отсекаемого на координатной оси (обычно = 0,25);

β – корректирующая постоянная угла наклона (обычно = 0,869 5).

X2.2.3 Процедура измерения численного значения цвета по ASTM испытываемой пробы

X2.2.3.1 Пробу для испытания отбирают, используя метод отбора вторичных проб, приведенный в ASTM D 4057, или соответствующий ему метод.

X2.2.3.2 Находят координаты цвета испытываемой пробы и переводят их в сумму оптических плотностей в соответствии с X2.2.2.1.

X2.2.3.3 По калибровочной кривой, построенной в соответствии с X2.2.2.2, определяют численное значение цвета по ASTM пробы с точностью до одного десятичного знака.

X2.2.3.4 Если численное значение цвета пробы по ASTM больше восьми, разбавляют пробу растворителем и используют данную смесь в качестве испытываемой пробы. При этом объемное соотношение пробы и растворителя в смеси должно составлять 15 : 85.

Приложение Д.А
(справочное)

**Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному
международному стандарту**

**Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному
стандарту другого года издания**

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование международного стандарта другого года издания	Степень соответ- ствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ASTM D 1500-07 Стан- дартный метод определе- ния цвета нефтепродуктов по ASTM (по цветовой шкале ASTM)	ASTM D 1500-04a Стан- дартный метод определе- ния цвета нефтепродуктов по ASTM (по цветовой шкале ASTM)	IDT	СТБ 1796-2007 Нефтепродукты. Метод определения цвета по шкале ASTM (ASTM D 1500-04a, IDT)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 22.12.2009. Подписано в печать 18.02.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,97 Уч.- изд. л. 0,92 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:

Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552634 от 17.11.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.