
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33159—
2014

МАСЛА СМАЗОЧНЫЕ ОТРАБОТАННЫЕ

Определение содержания нерастворимых веществ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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 аутентичного перевода на русский язык 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 5 декабря 2014 г. № 46)

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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 472-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33159—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 893—14 Standard test method for insolubles in used lubricating oils (Стандартный метод определения нерастворимых веществ в отработанных смазочных маслах).

Стандарт разработан комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за метод несет подкомитет D02.06 «Анализ смазочных материалов».

Перевод с английского языка (en).

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

Официальные экземпляры стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

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, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 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	4
8 Отбор проб	5
9 Метод А. Определение веществ, нерастворимых в пентане и толуоле без коагулянта.	5
10 Метод В. Определение нерастворимых веществ, коагулируемых в пентане и толуоле	6
11 Вычисления	6
12 Протокол испытаний	6
13 Прецизионность и смещение	6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам	9

МАСЛА СМАЗОЧНЫЕ ОТРАБОТАННЫЕ**Определение содержания нерастворимых веществ**

Used lubricating oils. Determination of insolubles content

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы (А и В) определения содержания нерастворимых в пентане и толуоле веществ в отработанных смазочных маслах.

1.2 Метод А предназначен для определения содержания веществ, нерастворимых в пентане, без использования коагулянта и позволяет определить содержание веществ, легко отделимых от смеси масла с растворителем при центрифугировании.

1.3 Метод В предусматривает определение содержания нерастворимых веществ в маслах, содержащих моющие присадки, с использованием коагулянта для веществ, нерастворимых в пентане и толуоле. Кроме веществ, выделенных по методу А, коагуляция позволяет отделить некоторые мелкодисперсные вещества, находящиеся в масле во взвешенном состоянии.

Примечание 1 — Результаты испытаний по методам А и В несопоставимы. При сравнении значений, получаемых при периодическом исследовании используемого масла или при сравнении результатов, полученных в двух и более лабораториях, следует применять одну и ту же процедуру.

1.4 Значения в единицах системы СИ рассматривают как стандартные. В настоящий стандарт не включены другие единицы измерения.

1.5 Настоящий стандарт не ставит целью рассмотрение всех проблем техники безопасности, связанных с его применением. Перед использованием настоящего стандарта пользователь должен принять соответствующие меры по обеспечению техники безопасности и определить применимость нормативных ограничений. Специальные меры предосторожности приведены в разделе 7 и 9.1.1.

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 ASTM¹⁾

ASTM D 1193 Specification for reagent water (Спецификация на реактив воду)

ASTM D 4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4177 Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов)

¹⁾ Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM service@astm.org. В информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **коагулировать** (coagulate): Обеспечивать способность системы становиться вязкой или сгущаться в единую массу.

3.1.2 **нерастворимые вещества, коагулируемые в пентане** (coagulated pentane insolubles): Вещества, выделенные из отработанных масел в результате добавления коагулянта к раствору отработанного масла в пентане.

3.1.2.1 Пояснение

Добавление коагулянта способствует выделению мелкодисперсных частиц, которые удерживаются в суспензии из-за диспергирующих свойств масла.

3.1.3 **нерастворимые вещества, коагулируемые в толуоле** (coagulated toluene insolubles): Вещества, коагулированные и выделенные из отработанных масел, нерастворимые в пентане или толуоле.

3.1.4 **вещества, нерастворимые в пентане** (pentane insolubles): Вещества, выделенные из отработанных масел при смешивании отработанного масла с пентаном.

3.1.4.1 Пояснение

В настоящем стандарте выделение осадка осуществляют центрифугированием.

3.1.5 **вещества, нерастворимые в толуоле** (toluene insolubles): Массовая доля веществ, выделенных из отработанного масла пентаном, нерастворимых в толуоле.

3.1.6 **отработанное масло** (used oil): Масло, которое находилось в единице оборудования (например, в двигателе, коробке передач, трансформаторе или турбине) при эксплуатации или без нее.

3.1.6.1 Пояснение

В настоящем стандарте — это любое масло, которое использовали для смазки.

3.2 Определение термина, специфичного для настоящего стандарта

3.2.1 **нерастворимые смолы** (insoluble resins): Вещества, выделенные из отработанного масла, растворимые в толуоле, но нерастворимые в пентане.

3.2.1.1 Пояснение

Содержание нерастворимых смол можно вычислить по методу А или В вычитанием содержания веществ, нерастворимых в толуоле, из веществ, нерастворимых в пентане.

4 Сущность метода

4.1 Метод А

Представительный образец отработанного смазочного масла смешивают с пентаном и центрифугируют. Для получения веществ, нерастворимых в пентане, раствор масла декантируют, осадок дважды промывают пентаном, сушат и взвешивают. Для определения веществ, нерастворимых в толуоле, отдельный образец масла смешивают с пентаном, затем центрифугируют. Полученный осадок дважды промывают пентаном, один раз — спиртотолуольным раствором и один раз — толуолом. Для получения нерастворимых веществ нерастворившийся материал сушат и взвешивают.

4.2 Метод В

Представительный образец отработанного смазочного масла смешивают с раствором коагулянта в пентане и центрифугируют. Для получения содержания нерастворимых веществ, коагулируемых в пентане, осадок дважды промывают пентаном, сушат и взвешивают. Для получения содержания нерастворимых веществ, коагулируемых в толуоле, отдельный образец масла смешивают с раствором коагулянта в пентане и центрифугируют. Осадок дважды промывают пентаном, один раз — спиртотолуольным раствором и один раз — толуолом. Для получения содержания нерастворимых веществ, коагулируемых в толуоле, нерастворившийся материал сушат и взвешивают.

5 Назначение и применение

5.1 Вещества, нерастворимые в пентане, могут содержать вещества, нерастворимые в масле, и смолистые вещества, нерастворимые в масле, образовавшиеся в результате разложения масла и/или присадки.

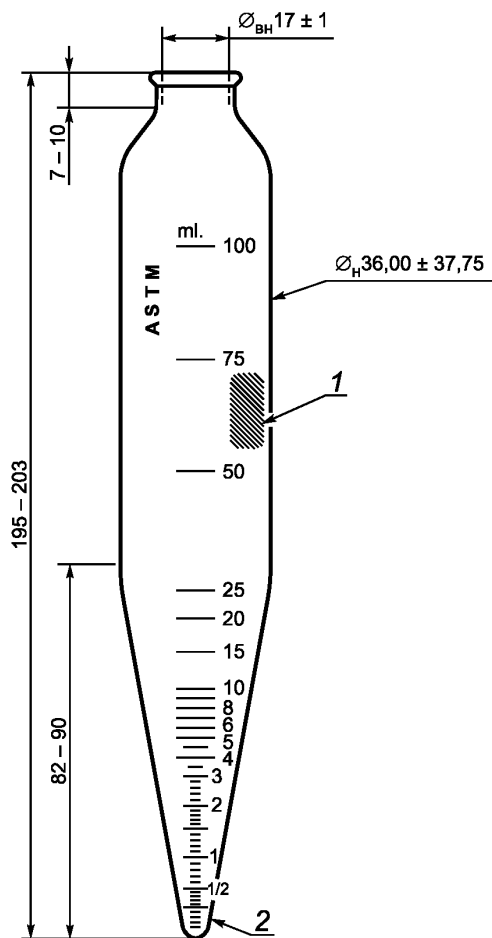
5.2 Вещества, нерастворимые в толуоле, могут образовываться от: 1) внешнего загрязнения; 2) нагара топлива и высокоуглеродистых материалов от разложения топлива, масла и присадок или 3) износа двигателя и коррозии материалов.

5.3 Значительное изменение веществ, нерастворимых в пентане, нерастворимых в толуоле (с коагулянтom или без), и нерастворимых смол указывает на изменения в масле, которые могут привести к проблемам в системе смазки.

5.4 По содержанию нерастворимых веществ можно оценивать эксплуатационные характеристики отработанного масла или определять причины неисправности оборудования.

6 Аппаратура

6.1 Пробирка для центрифугирования конической формы из тщательно отожженного стекла размерами, приведенными на рисунке 1. Шкалу пробирки нумеруют, как показано на рисунке 1, деления должны быть ясными и четкими, а форма горловины должна быть пригодна для закрывания пробкой. Допуски на погрешность шкалы и наименьшие деления между разными калибровочными отметками приведены в таблице 1 и получены при калибровке водой, не содержащей воздуха, при температуре 20 °С.



Т а б л и ц а 1 — Допускаемые отклонения калибровки конусообразной пробирки для центрифугирования

Диапазон, см ³	Цена деления шкалы, см ³ , не более	Погрешность шкалы, см ³ , не более
От 0 до 0,1 включ.	0,05	± 0,02
Св. 0,1 » 0,3 »	0,05	± 0,03
» 0,3 » 0,5 »	0,05	± 0,05
» 0,5 » 1,0 »	0,1	± 0,05
» 1,0 » 2,0 »	0,1	± 0,10
» 2,0 » 3,0 »	0,2	± 0,10
» 3,0 » 5,0 »	0,5	± 0,20
» 5,0 » 10,0 »	1,0	± 0,50
» 10 » 25 »	5,0	± 1,0
» 25 » 100 »	25,0	± 1,0

1 — пятно, образовавшееся в результате пескоструйной обработки (для маркировки);
2 — диаметр — не более 4 мм

Рисунок 1 — Конусообразная пробирка ASTM для центрифугирования

6.2 Центрифуга, соответствующая требованиям безопасности при нормальном использовании и обеспечивающая вращение двух или более наполненных пробирок для центрифугирования с регулируемой скоростью для создания относительной центробежной силы (*rcf*) 600 — 700 на концах пробирок. Вращающаяся головка привода, опорные кольца и гильзы, включая уплотнительные прокладки, должны иметь надежную конструкцию, способную выдерживать максимальную центробежную силу, создаваемую источником электропитания. Гильзы и уплотнительные прокладки к ним должны прочно удерживать пробирки при вращении центрифуги. Центрифуга должна быть закрыта металлическим экраном или кожухом для обеспечения безопасности при возникновении поломок. Частоту вращения головки *rpm*, об/мин, вычисляют по формуле

$$rpm = 1337 \sqrt{rcf/d}, \quad (1)$$

где *rcf* — относительная центробежная сила;

d — диаметр размаха между концами противоположных пробирок при вращении, мм.

Соотношение между диаметром размаха, относительной центробежной силой *rcf* и частотой вращения приведено в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Частота вращения центрифуги в зависимости от диаметра размаха

Диаметр размаха, мм ^{А)}	Частота вращения при <i>rcf</i> = 600	Частота вращения при <i>rcf</i> = 700
483	1490	1610
508	1450	1570
533	1420	1530
559	1390	1500

^{А)} Измеряют между концами противоположных пробирок в положении вращения в миллиметрах.

6.3 Термостат во взрывозащищенном исполнении класса А или с удалением паров растворителя, обеспечивающий поддержание температуры $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

6.4 Весы чувствительностью 0,5 мг для взвешивания химического стакана и пробирки для центрифугирования вместимостью 100 см³, а также весы чувствительностью 0,1 г для взвешивания пробы масла.

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов

Для испытаний должны быть использованы реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, все реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, в котором их можно получить¹⁾. Можно использовать предварительно проверенные реактивы другой квалификации, если чистота реактива не снижает точность определения.

7.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют реактив воду типа IV по ASTM D 1193.

7.3 *n*-Бутилдидэтаноламин [2,2'-(бутилимино)диэтанол] (**Предупреждение** — Вреден при вдыхании или проглатывании).

7.4 Этанол денатурированный, соответствующий формуле 30 или 3А.

Предупреждение — Воспламеняющийся, денатурированный, токсичный.

7.5 Пентан (**Предупреждение** — Пары легковоспламеняемые).

7.6 Изопропиловый спирт (2-пропанол) (**Предупреждение** — Воспламеняющийся, денатурированный, токсичный).

7.7 Толуол (**Предупреждение** — Воспламеняющийся. Пары вредны).

¹⁾ Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, — см. Analar Standards 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).

7.8 Промывочный растворитель

Раствор толуола и спирта, получаемый смешиванием одного объема толуола (7.7) с одним объемом денатурированного этанола, соответствующего формуле 30 или 3А (**Предупреждение** — Воспламеняющийся, денатурированный, токсичный).

7.9 Раствор коагулянта в пентане

К 1 дм³ *n*-пентана (**Предупреждение** — Вреден при вдыхании или проглатывании) добавляют 50 см³ *n*-бутилдиэтанолamina (**Предупреждение** — Воспламеняющийся) и 50 см³ изопропилового спирта (2-пропанола) (**Предупреждение** — Поскольку отработанное масло значительно изменяется при хранении, то образцы следует испытывать по возможности быстро после удаления из системы смазки и отмечать даты отбора проб и испытания) и перемешивают.

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб — по ASTM D 4057 или ASTM D 4177.

8.2 Если исходный контейнер изготовлен из непрозрачного материала или наполнен более чем на 3/4, образец переносят в чистую стеклянную бутылку вместимостью не менее чем на 1/3 больше объема образца, а все следы осадка из исходного контейнера переносят в бутылку путем энергичного встряхивания порций образца в исходном контейнере. Образец отработанного масла нагревают (30 ± 1) мин при температуре (60 ± 5) °С и перемешивают до тех пор, пока весь осадок не станет однородной взвесью в масле. После получения взвеси осадка образец или соответствующую аликвоту фильтруют через сито с размером ячеек 150 мкм (№ 100) для удаления крупных загрязняющих частиц.

Примечание 2 — Чистый, прозрачный, без визуально определяемого осадка образец можно не фильтровать.

9 Метод А. Определение веществ, нерастворимых в пентане и толуоле без коагулянта

9.1 Вещества, нерастворимые в пентане

9.1.1 Сушат чистую пробирку для центрифугирования (30 ± 1) мин при температуре (105 ± 3) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 1 мг. Взвешивают (10,0 ± 0,1) г подготовленного образца отработанного масла в пробирке и заполняют пентаном до метки 75 см³ (**Предупреждение** — Пентан вреден при вдыхании и проглатывании). Пробирку закупоривают и встряхивают до получения однородной смеси. Не следует хранить смесь до помещения в центрифугу более 3 ч.

9.1.2 Удаляют пробку и смывают пентаном с использованием промывной склянки с тонкой струей нерастворимые вещества с пробки и доводят уровень растворителя до метки 100 см³. Устанавливают пробирки симметрично по противоположным сторонам центрифуги для предотвращения дисбаланса. При нечетном количестве пробирок пустую пробирку заполняют водой до получения массы пробирки с образцом, чтобы уравновесить непарную пробирку, и центрифугируют в течение (20 ± 1) мин со скоростью, вычисленной по 6.2, достаточной для создания относительной центробежной силы *rcf* от 600 до 700 на концах вращающихся пробирок (см. таблицу 2). Осторожно декантируют надосадочную жидкость, не нарушая и не диспергируя осадок, оставляя в пробирке для центрифугирования не более 3 см³ жидкости.

Примечание 3 — С целью обеспечения безопасности при обращении с воспламеняющимися веществами можно использовать охлаждаемые или взрывобезопасные центрифуги или герметично закупоренные гильзы с винтовыми крышками и уплотнениями.

9.1.3 Добавляют в пробирку (10 ± 1) см³ пентана. Разрыхляют и перемешивают нерастворимые вещества на дне пробирки для центрифугирования чистой жесткой проволокой. Смывают пентаном в пробирку нерастворимые вещества, прилипшие к проволоке, заполняя ее до метки 25 см³. Пробирку закупоривают и встряхивают до получения однородной смеси. Открывают пробку и промывают пентаном, доводя уровень жидкости в пробирке до метки 50 см³. Центрифугируют в течение (20 ± 1) мин. Из пробирки аккуратно сливают надосадочную жидкость, избегая нарушения слоя нерастворимых веществ на дне.

9.1.4 Повторяют процедуру по 9.1.3.

9.1.5 Сушат пробирку для центрифугирования с осадком в течение (30 ± 1) мин при температуре (105 ± 3) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 1 мг.

9.1.6 При большом количестве осадка возможно разбрызгивание при помещении пробирки в термостат непосредственно из центрифуги. В таких случаях осадок перед помещением в термостат можно частично высушить при температуре окружающей среды или слегка повышенной температуре.

9.2 Вещества, нерастворимые в толуоле

9.2.1 Осаждают и центрифугируют вещества, нерастворимые в пентане, по 9.1.1—9.1.4 из свежего образца отработанного масла, но не сушат нерастворимые вещества в пробирке для центрифугирования.

9.2.2 Добавляют (10 ± 1) см³ спиртотолуольной смеси. Разрыхляют и перемешивают чистой жесткой проволокой нерастворимые вещества на дне пробирки для центрифугирования. Смывают налипшие на проволоку нерастворимые вещества в пробирку достаточным количеством спиртотолуольной смеси, заполняя ее до метки 25 см³. Закупоривают пробирку и встряхивают до образования однородной смеси. Открывают пробку и смывают с нее спиртотолуольной смесью прилипшие нерастворимые вещества в пробирку, доводя общий объем до 50 см³. Центрифугируют в течение (20 ± 1) мин. Декантируют прозрачный раствор, соблюдая осторожность, чтобы не нарушить осадок.

9.2.3 Повторяют процедуру промывки по 9.2.2, заменяя спиртотолуольную смесь толуолом.

9.2.4 Сушат осадок (60 ± 1) мин при температуре (105 ± 3) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 1 мг.

10 Метод В. Определение нерастворимых веществ, коагулируемых в пентане и толуоле

10.1 Нерастворимые вещества, коагулируемые в пентане

Проводят испытания по 9.1.1 и 9.1.2, за исключением того, что в 9.1.1 вместо пентана используют раствор коагулянта в пентане (7.9). Дважды промывают осадок пентаном, сушат и взвешивают по 9.1.3—9.1.5.

10.2 Если известно, что образец содержит воду или на присутствие воды указывает вязкий осадок, определение повторяют на образце, высушенном при нагревании до температуры (105 ± 3) °С в открытом стакане.

10.3 Нерастворимые вещества, коагулируемые в толуоле

Проводят испытания по 9.1.1 и 9.1.2, за исключением того, что в 9.1.1 вместо пентана используют раствор смеси коагулянта в пентане (7.9). Дважды промывают осадок пентаном по 9.1.3 и 9.1.4, промывают спиртотолуольной смесью и толуолом, сушат и взвешивают по 9.2.2—9.2.4.

11 Вычисления

11.1 Вычисляют содержание нерастворимых веществ, %, в отработанном масле по формуле

$$\text{Нерастворимые вещества} = 10 (B - A), \quad (2)$$

где B — масса высушенных нерастворимых веществ и пробирки для центрифугирования, г;

A — масса чистой, сухой пробирки для центрифуги, г.

12 Протокол испытаний

12.1 При проведении испытаний по методу А (раздел 9) регистрируют содержание веществ, нерастворимых в пентане, и веществ, нерастворимых в толуоле, в процентах.

12.2 При проведении испытаний по методу В (раздел 10) регистрируют содержание нерастворимых веществ, коагулируемых в пентане, и нерастворимых веществ, коагулируемых в толуоле, в процентах.

12.3 Содержание нерастворимых смол или коагулируемых нерастворимых смол для метода А или В получают, вычитая содержание нерастворимых веществ в толуоле из содержания нерастворимых веществ в пентане.

13 Прецизионность и смещение

13.1 Прецизионность

Для оценки приемлемости результатов с доверительной вероятностью 95 % используют следующие критерии.

13.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение результатов двух последовательных 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 таблицах 3 и 4, только в одном случае из 20.

13.1.1.1 Повторяемость для метода А (вещества, нерастворимые в пентане) и метода В (нерастворимые вещества, коагулируемые в пентане) приведена в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 — Повторяемость для методов А и В

Содержание нерастворимых веществ, % масс.	Повторяемость, % масс.
От 0,0 до 1,0 включ.	0,07
Св. 1,0	10 % от среднего значения

13.1.1.2 Повторяемость для метода А (вещества, нерастворимые в толуоле) и метода В (нерастворимые вещества, коагулируемые в толуоле) приведена в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 — Повторяемость для методов А и В

Среднеарифметическое значение содержания нерастворимых веществ, % масс.	Повторяемость, % масс. ^{А)}
0,1	0,068
0,2	0,097
0,3	0,120
0,4	0,140
0,5	0,150
0,6	0,170
0,7	0,180
0,8	0,190

^{А)} Прецизионность вычислена по формуле

$$\text{Повторяемость} = 0,216\sqrt{I},$$
где I — вещества, нерастворимые в толуоле, или нерастворимые вещества, коагулируемые в толуоле.

13.1.2 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 таблицах 5—7, только в одном случае из 20.

13.1.2.1 Воспроизводимость для метода А (вещества, нерастворимые в пентане) и метода В (нерастворимые вещества, коагулируемые в пентане) приведена в таблице 5.

Т а б л и ц а 5 — Воспроизводимость для методов А и В

Содержание нерастворимых веществ, % масс.	Воспроизводимость, % масс.
От 0,0 до 1,0 включ.	0,10
Св. 1,0	15 % от среднего значения

13.1.2.2 Воспроизводимость для метода А (вещества, нерастворимые в толуоле) приведена в таблице 6.

Т а б л и ц а 6 — Воспроизводимость для метода А

Среднеарифметическое значение содержания нерастворимых веществ, % масс.	Воспроизводимость, % масс. ^{А)}
0,1	0,14
0,2	0,20
0,3	0,24
0,4	0,28
0,5	0,31
0,6	0,34
0,7	0,37
0,8	0,39
0,9	0,42
1,0	0,44
1,1	0,46

^{А)} Прецизионность вычислена по формуле

$$\text{Воспроизводимость} = 0,441 \sqrt{I_A},$$
где I_A — содержание веществ, нерастворимых в толуоле.

13.1.2.3 Воспроизводимость для метода В (нерастворимые вещества, коагулируемые в толуоле) (см. примечание 4) приведена в таблице 7.

П р и м е ч а н и е 4 — Неудовлетворительная межлабораторная прецизионность (воспроизводимость) метода В (нерастворимые вещества, коагулируемые в толуоле) не позволяет его использовать для сравнения результатов межлабораторных испытаний.

Т а б л и ц а 7 — Воспроизводимость для метода В

Среднеарифметическое значение содержания нерастворимых веществ, % масс.	Воспроизводимость, % масс. ^{А)}
0,1	0,30
0,2	0,43
0,3	0,53
0,4	0,60
0,5	0,68
0,6	0,74
0,7	0,80
0,8	0,86
0,9	0,91
1,0	0,96
1,1	1,00

^{А)} Прецизионность вычислена по формуле

$$\text{Воспроизводимость} = 0,441 \sqrt{I_B},$$
где I_B — содержание нерастворимых веществ, коагулируемых в толуоле.

13.2 Смещение

Процедура по настоящему методу испытания не имеет смещения, т. к. содержание нерастворимых веществ в процентах по массе можно определить только в терминах настоящего метода испытаний.

**Приложение ДА
(справочное)**

**Сведения о соответствии межгосударственных стандартов
ссылочным стандартам**

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM D 1193—06 (2011) Спецификация на реактив воду	—	*
ASTM D 4057—2012 Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов	—	*
ASTM D 4177—95 (2010) Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов	—	*
<p>* 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.</p>		

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 07.08.2015. Подписано в печать 01.09.2015. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 36 экз. Зак. 2911.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru