
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
13737—
2013

МАТЕРИАЛЫ НЕФТЯНЫЕ СМАЗОЧНЫЕ

Определение пенетрации при низкой температуре

ISO 13737:2004
Petroleum products and lubricants – Determination
of low-temperature cone penetration of lubricating greases
(IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН 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 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2013 г. № 2339-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 13737:2004 «Нефтепродукты и смазочные материалы. Определение пенетрации конусом пластичных смазок при низкой температуре» (ISO 13737:2004 «Petroleum products and lubricants – Determination of low-temperature cone penetration of lubricating greases»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5–2001 (подраздел 3.5).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартиформ, 2014

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

МАТЕРИАЛЫ НЕФТЯНЫЕ СМАЗОЧНЫЕ**Определение пенетрации при низкой температуре**

Petroleum products and lubricants. Determination of cone penetration of lubricating greases at low temperature

Дата введения — 2015—01—01

Предупреждение – Применение настоящего стандарта связано с использованием в процессе испытания опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране труда, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пластичные смазки и устанавливает метод определения пенетрации конусом при низкой температуре.

Примечание 1 – Прецизионность метода была установлена только для значений температуры в интервале от минус 40 °С до минус 20 °С. Настоящий стандарт можно использовать при других значениях температуры, например от минус 20 °С до 20 °С, однако прецизионность метода для этих условий не определена.

Примечание 2 – Значение пенетрации выражают в десятых долях миллиметра (0,1 мм).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты¹⁾:
ИСО 2137 Нефтепродукты и смазочные материалы. Определение пенетрации конусом пластичных смазок и петролатума (ISO 2137 Petroleum products and lubricants – Determination of cone penetration of lubricating greases and petrolatum)²⁾

ИСО 6743-99:2002 Материалы смазочные, промышленные масла и родственные продукты (класс L). Классификация. Часть 99: Общие положения (ISO 6743-99:2002 Lubricants, industrial oils and related products (class L) – Classification – Part 99: General)

ИСО ISO 60751:1983 Промышленные платиновые термометры сопротивления (ISO 60751:1983 Industrial platinum resistance thermometer sensors)

3 Сущность метода

Определяют пенетрацию с использованием пенетрометра и конуса с полной шкалой по ISO 2137. Измерение выполняют на образце, охлажденном при определенных условиях до температуры испытания, используя конус, охлажденный до такой же температуры.

¹⁾ Для датированных ссылок используют только указанное издание стандарта, для недатированных ссылок – последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

²⁾ Действует ISO 2137:2007.

4 Аппаратура

Используют стандартное лабораторное оборудование и стеклянную посуду.

4.1 Оборудование

Оборудование – по ISO 2137.

Примечание 1 – можно использовать пенетрометр с автоматическим запуском.

Примечание 2 – Используют только конус с полной шкалой (или произвольный конус для определения пенетрации до 400 единиц).

Примечание 3 – Для перемешивания пластичных смазок используют только смеситель для конуса с полной шкалой.

Примечание 4 – Используют две одинаковые чаши (одну – для контроля температуры и другую – для проведения испытания).

4.2 Термокамера с принудительной циркуляцией воздуха (далее – камера), обеспечивающая поддержание температуры в рабочем диапазоне от минус 50 °С до 0 °С с точностью ± 1 °С. Охлаждающая способность камеры должна быть такой, чтобы обеспечить достижение температуры испытания в течение 2 ч при пустой камере.

4.3 Датчик температуры

Желательно использовать платиновый термистер с сопротивлением 100 ом по стандарту [1], или термометр полного погружения, соответствующий требованиям, приведенным в приложении А.

4.4 Шпатель из коррозионностойкого материала, прямоугольной формы с жесткой рабочей поверхностью шириной приблизительно 32 мм и длиной не менее 150 мм.

4.5 Таймер со звуковым сигналом, обеспечивающий непрерывное измерение времени в течение $4 \text{ ч} \pm 5 \text{ мин}$.

5 Подготовка и кондиционирование пробы

5.1 Подготовка

5.1.1 Общие положения

Проверяют стабильность работы камеры при установленной температуре испытания. Для испытания готовят две пробы, одну – для контроля температуры, другую – для определения пенетрации.

5.1.2 Подготовка пробы для контроля температуры

Выполняют процедуру подготовки пробы для определения пенетрации перемешанной смазки конусом с полной шкалой по разделу 7 ИСО 2137, т. е. переносят пробу из контейнера, предпочтительно в один прием для наполнения чаши смесителя. Смазку переносят таким образом, чтобы свести к минимуму воздействие на смазку. Для удаления захваченного воздуха и получения пробы без пузырьков встряхивают чашу и уплотняют смазку шпателем (при минимальном количестве действий). Шпателем удаляют избыток смазки над ободком, удерживая его под углом 45° в направлении движения по ободку чаши.

5.1.3 Подготовка пробы для определения пенетрации

5.1.3.1 Общие положения

Выполняют процедуру подготовки пробы для определения пенетрации перемешанной смазки (метод конусом с полной шкалой) по разделу 7 ИСО 2137 и 5.1.3.2, 5.1.3.3 настоящего стандарта.

5.1.3.2 Подготовка пробы для испытания

5.1.3.2.1 Отбирают достаточное количество образца (не менее 0,5 кг) чтобы можно было наполнить чашу смесителя.

5.1.3.2.2 В чистую чашу смесителя переносят достаточное количество образца, чтобы уровень смазки в центре возвышался примерно на 13 мм над ее ободком, избегая вовлечения воздуха при уплотнении смазки шпателем. При уплотнении смазки периодически встряхивают чашу для удаления захваченного воздуха. Собирают смеситель с поднятым плунжером и открытым вентиляционным клапаном, затем опускают плунжер до дна. Вставляют термометр через вентиляционный клапан таким образом, чтобы его кончик располагался в центре пластичной смазки. Размещают собранный смеситель в водяной бане, поддерживаемой при температуре 25 °С (см. примечания 1 и 2 и последние два абзаца настоящего подпункта), и выдерживают до установления в смесителем с содержимым температуры $(25,0 \pm 0,5)$ °С. Затем вынимают смеситель из бани и удаляют с его поверхности воду. Вынимают термо-

метр и закрывают вентиляционный клапан. Смазку перемешивают примерно 1 мин 60 полными двойными ходами плунжера, затем поднимают плунжер в верхнее положение. Открывают вентиляционный клапан, отсоединяют верхнюю часть смесителя с плунжером и переносят по возможности максимальное количество смазки, налипшей на плунжер, в чашу. Сразу выполняют процедуру по 5.1.3.3, поскольку пенетрация перемешанной смазки может значительно измениться при выдерживании.

Примечание 1 – Вместо водяной бани можно использовать постоянную комнатную температуру или воздушную баню.

Примечание 2 – Значение пенетрации мягких пластичных смазок зависит от диаметра контейнера. Поэтому смазки с пенетрацией выше 265 единиц следует испытывать в контейнерах, имеющих такой же диаметр, как и чаша смесителя для перемешивания смазки. Значение результатов испытаний смазок с пенетрацией ниже 265 единиц не зависит от диаметра контейнера, даже если он превышает диаметр чаши смесителя.

Если начальная температура пробы отличается от 25 °С более, чем на 8 °С, или используют альтернативный метод доведения температуры пробы до (25,0 ± 0,5) °С, перед продолжением испытания пробу необходимо выдерживать дополнительное время для достижения требуемого значения температуры (25,0 ± 0,5) °С. Если масса пробы более 0,5 кг, также необходимо дополнительное время для достижения пробой температуры (25,0 ± 0,5) °С. В любом случае испытание проводят только при достижении пробой постоянной температуры (25,0 ± 0,5) °С.

При необходимости погружения смесителя в воду выше его затвора обеспечивают герметичность крышки для предотвращения попадания воды в смеситель.

5.1.3.3 Подготовка порции пробы для испытания

5.1.3.3.1 Готовят образец перемешанной пробы (5.1.3.2.2) в чаше для испытаний, чтобы обеспечить получение однородной и воспроизводимой структуры смазки.

5.1.3.3.2 Для заполнения пустот от плунжера и удаления воздушных карманов чашу резко постукивают по столу или об пол и уплотняют смазку шпателем.

Встряхивание должно быть достаточно сильным для удаления захваченного воздуха и осторожным для предотвращения потери пробы из чаши. При этом следует выполнять минимальное количество движений, поскольку продолжительное встряхивание смазки может привести к увеличению установленных для перемешивания 60 ходов.

5.1.3.3.3 Удаляют избыток смазки над ободком чаши и выравнивают поверхность перемещением шпателя под углом примерно 45 ° в направлении движения по ободку. Удаленную смазку сохраняют.

5.1.3.3.4 При испытании мягких пластичных смазок удаленную смазку сохраняют для обеспечения полного заполнения чаши при последующих испытаниях. Наружная поверхность чаши должна быть чистой для того, чтобы смазку, выдавливаемую конусом пенетromетра, можно было перенести в чашу при подготовке пробы для следующего испытания.

5.2 Кондиционирование

Устанавливают датчик температуры (4.3) в пробу для контроля температуры (подготовленную по 5.1.2), располагая его кончик в центре на глубине примерно 30 мм.

Помещают два испытуемых образца (5.1.2 и 5.1.3) в термостатируемую камеру (4.2), предварительно установленную на температуру испытания. Время между выравниванием поверхности испытуемого образца и помещением его в камеру не должно превышать 30 мин.

Конус пенетromетра также помещают в камеру. Выдерживают испытуемые образцы при температуре испытания в течение 4 ч ± 5 мин. В течение этого времени разность между температурой пластичной смазки и температурой испытания не должна превышать 1 °С. В противном случае испытание проводят на новом образце.

6 Измерение пенетрации

6.1. Устанавливают пенетromетр рядом с камерой (4.2). Проверяют вертикальность оси конуса и отсутствие заедания в спусковом механизме.

6.2 Регистрируют температуру испытания по датчику в образце для контроля температуры с точностью до 0,5 °С.

6.3 Быстро вынимают конус из камеры и устанавливают его на вертикальной оси пенетromетра, убедившись, что спусковой механизм работает без заеданий. Затем переносят испытуемую пробу из камеры на подставку пенетromетра.

Без выравнивания поверхности смазки сразу же выполняют измерение пенетрации:

а) обеспечивают контакт штока циферблатного индикатора и оси конуса, затем устанавливают циферблатный индикатор на «ноль». Регулируют пенетрометр таким образом, чтобы наконечник конуса располагался точно в центре поверхности испытуемого образца.

б) отпускают ось конуса на $(5,0 \pm 0,1)$ с и снова зажимают ее в этом положении. Медленно опускают стержень индикатора до упора с осью конуса и снимают показание значения пенетрации по шкале индикатора.

Для предотвращения значительного изменения температуры пластичной смазки и конуса время между измерением пенетрации и извлечением чаши с образцом из камеры должно быть не более 1 мин.

7 Оформление результатов

Значение пенетрации пластичной смазки, полученное при испытании образца, записывают с точностью до 0,1 мм.

8 Прецизионность

8.1 Общие положения

Показатели прецизионности, определенные на основании статистической обработки результатов межлабораторных испытаний в 9 лабораториях на пластичных смазках класса 2 по NLGI (см. ИСО 6743) при температуре в диапазоне от минус 40 °С до минус 20 °С и значении пенетрации в диапазоне от 60 до 210 единиц, приведены в 8.2 и 8.3.

Примечание – Показатели прецизионности применяют к любой пластичной смазке любого класса NLGI при любой температуре от 25 °С до –40 °С.

8.2 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превышать 9 единиц только в одном случае из двадцати.

8.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода испытаний, может превышать 28 единиц только в одном случае из двадцати.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- а) обозначение настоящего стандарта;
- б) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;
- в) результат испытания (см. раздел 7);
- г) любое отклонение от процедуры испытания по настоящему стандарту;
- е) дату проведения испытания.

**Приложение А
(обязательное)**

Характеристики термометра

Т а б л и ц а А.1 – Характеристики термометра

Параметр	Характеристика
Температурный диапазон, °С	От – 80 до +20
Погружение, мм	Полное
Градуировка:	
малое деления шкалы, °С	0,5
длинные линии у каждого, °С	1
обозначения у каждых, °С	5
Максимальная погрешность шкалы, °С	1
Запасной резервуар:	
допустимый нагрев до, °С	45
Общая длина, мм	От 295 до 305
Наружный диаметр капилляра, мм	От 6,0 до 8,0
Длина резервуара, мм	От 8 до 16
Наружный диаметр резервуара, мм	Не более диаметра капилляра
Расположение шкалы:	
от дна резервуара до метки, °С	Минус 80
расстояние от дна резервуара до начала шкалы, мм	От 50 до 70
Длина шкалы, мм	От 170 до 210
<p align="center">П р и м е ч а н и е – Приведенным требованиям соответствуют термометры по IP 14С или ASTM 114С.</p>	

Приложение ДА
(справочное)**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ИСО 2137:2007	IDT	ГОСТ ISO 2137–2013 «Нефтепродукты. Смазки пластичные и петролатум. Определение пене-трации конусом»
ИСО 6743-99:2002	IDT	ГОСТ ISO 6743-99–2013 «Материалы смазоч-ные, промышленные масла и родственные продукты (класс L). Классификация. Часть 99. Общие положения»
ИСО 60751:1983	*	–
<p>*Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.</p> <p>П р и м е ч а н и е – В настоящей таблице использованы следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>IDT – идентичные стандарты.</p>		

Библиография

- [1] IEC 60751:2008 Industrial platinum resistance thermometer sensors
(МЭК 60751:2008) Термометры сопротивления промышленные платиновые

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60x841/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 34 экз. Зак. 3562.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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