МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
32394—
2013**

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

Метод определения температуры каплепадения

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 686-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32394—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 566—02(2009) «Стандартный метод определения температуры каплепадения пластичной смазки» («Standard test method for dropping point of lubricating grease», IDT).

Стандарт разработан Комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы» и находится под контролем Подкомитета D02.GO.03 «Физические испытания» Американского общества по испытаниям и материалам.

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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 документы . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 2
5 Назначение и применение . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Отбор проб . . . 5
8 Подготовка аппаратуры . . . 5
9 Проведение испытания . . . 6
10 Оформление результатов . . . 7
11 Прецизионность и смещение . . . 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам . . . 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

Метод определения температуры каплепадения

Lubricating grease. Test method for dropping point

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры каплепадения пластичных смазок.

1.2 При температуре нагревания бани выше 288 °С следует применять ASTM D 2265.

1.3 Значения в единицах системы СИ рассматривают как стандартные.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием, особые требования к мерам предосторожности приведены в 6.4 и 8.1.

2 Нормативные документы

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)[1)].

ASTM D 217, Test methods for cone penetration of lubricating grease (Методы определения пенетрации пластичной смазки с использованием конуса)

ASTM D 235, Specification for mineral spirits (petroleum spirits) (hydrocarbon dry cleaning solvents) [Спецификация на уайт-спириты (углеводородные растворители сухой очистки)]

ASTM D 2265, Test method for dropping point of lubricating grease over wide temperature range (Метод определения температуры каплепадения пластичной смазки в широком температурном диапазоне)

ASTM E 1, Specification for ASTM liquid-in-glass thermometers (Спецификация на стеклянные жидкостные термометры ASTM)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения

3.1.1 **пластичная смазка** (lubricating grease): Продукт, имеющий состояние от полужидкого до твердого в зависимости от загустителя в жидком смазочном материале.

[1)] Информацию по указанным стандартам ASTM можно получить на сайте ASTM: gost.e-ecolog.ru р-висной службе: gost.e-ecolog.ru формационном томе Ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) можно обратиться к сводке документов стандартов на странице сайта.

3.1.1.1 Пояснение

Дисперсия загустителя образует двухфазную систему и уменьшает текучесть жидкого смазочного материала за счет поверхностного натяжения и других физических сил. Для придания особых свойств в смазку обычно включают другие ингредиенты.

3.1.2 **загуститель** (thickener): Вещество в пластичной смазке, формирующее структуру продукта, состоящее из мелкодисперсных частиц, рассеянных в жидкости.

3.1.2.1 Пояснение

Загустители могут быть волокнистыми (такие как металлосодержащие мыла), или пластинчатыми, или сферическими (такие как определенные немыльные загустители), нерастворимыми или незначительно растворимыми в жидком смазочном материале. Общим требованием к ним является очень маленький размер равномерно диспергированных твердых частиц, способных образовывать относительно стабильную гелеобразную структуру с жидким смазочным материалом (ASTM D 217).

3.2 Определение термина, специфического для данного метода

3.2.1 **температура каплепадения** (dropping point): Численное значение, характеризующее состав смазки и представляющее температуру, при которой первая капля материала падает из испытательной чашки, эта температура является среднеарифметическим значением показаний термометров образца и бани.

3.2.1.1 Пояснение

При правильном выполнении данного метода контроль температуры в испытательной чашке со смазкой и температуры масляной бани проводят одновременно, пока нагревается баня. Вычисляют среднеарифметическое значение температуры испытательной чашки со смазкой и масляной бани, при которой из чашки падает первая капля материала, и регистрируют как результат испытания.

4 Сущность метода

4.1 Хромированную латунную чашку (далее — чашку) с образцом пластичной смазки помещают в пробирку для испытания и нагревают в масляной бане с заданной скоростью. Определяют среднеарифметическое значение температуры, при которой материал падает из чашки, и температуры масляной бани и регистрируют как температуру каплепадения пластичной смазки.

5 Назначение и применение

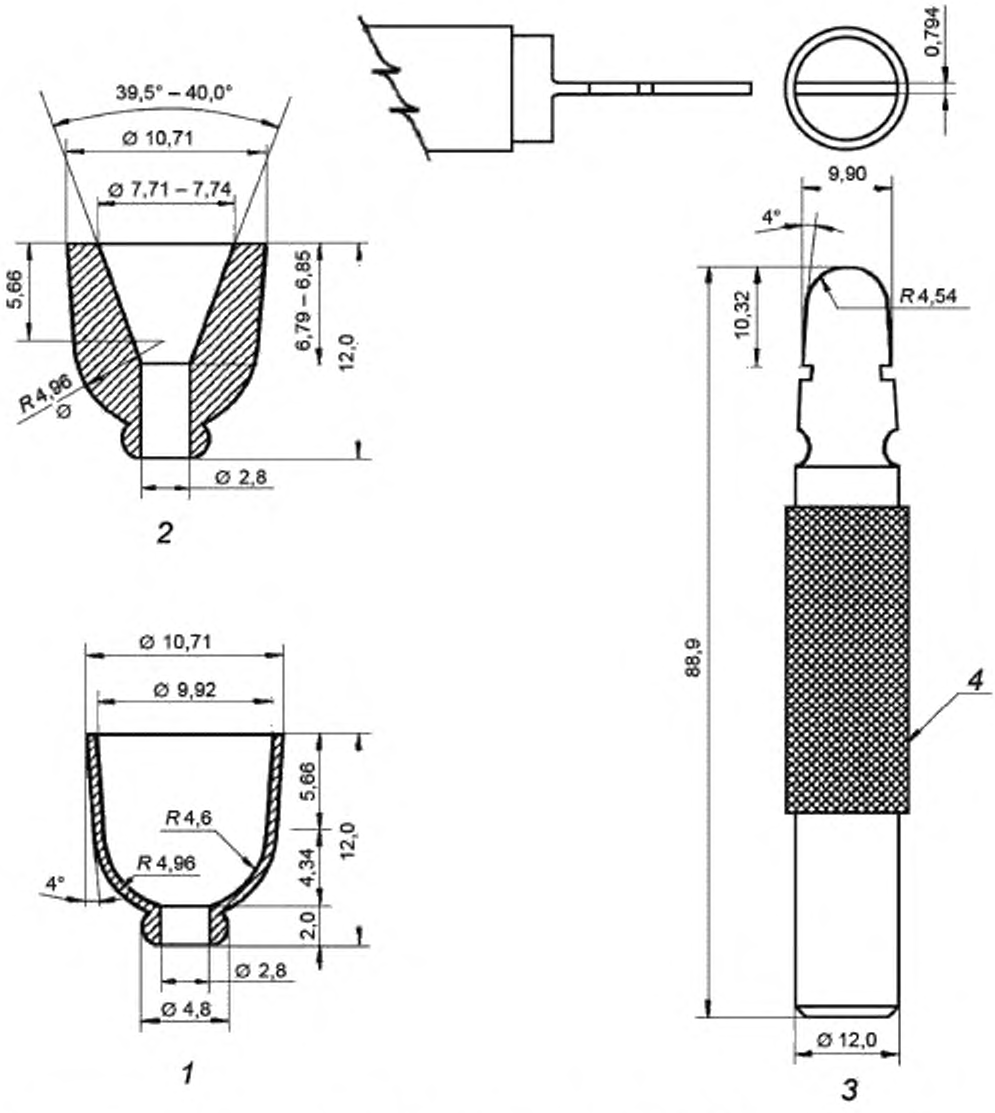
5.1 Температура каплепадения — это температура, при которой пластичная смазка в условиях испытания переходит из полутвердого состояния в жидкое состояние. Такое изменение состояния характерно для пластичных смазок, содержащих в качестве загустителей мыла обычных типов. Пластичные смазки, содержащие в качестве загустителей другие вещества вместо обычного мыла, могут отделять масло без изменения состояния. Настоящий метод можно использовать для идентификации типа пластичной смазки и определения критерия оценки качества смазки. Результаты испытания имеют ограниченное значение для характеристики эксплуатационных свойств, т. к. температуру каплепадения определяют в статических условиях.

Примечание 1 — Результаты определения температуры каплепадения по ASTM D 566[2)] и ASTM D 2265 сопоставимы. Информация о расхождении результатов испытания отсутствует. Метод определения температуры каплепадения изготовитель согласовывает с потребителем.

6 Аппаратура

6.1 Хромированная латунная чашка (тавотница), размеры которой приведены на рисунке 1.

[2)] Дополнительные данные можно получить в ASTM International, запросив исследовательский отчет RR: D02-1164.

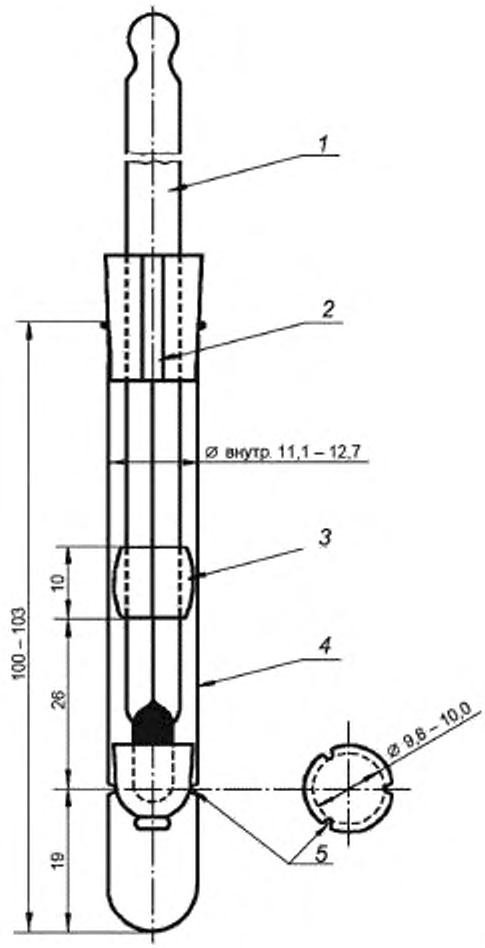


1 — хромированная латунная чашка; *2* — указатель уровня погружения термометра; *3* — калибр-пробка для тавотницы (материал — AISI-0I твердостью 50—52 по шкале С Роквелла); *4* — насечка

Рисунок 1 — Калибр-пробка, глубиномер и тавотница

6.2 Испытательная пробирка из термостойкого стекла[3)] с ободком высотой 100—103 мм, внутренним диаметром 11,1—12,7 мм, с тремя равноудаленными по окружности углублениями на высоте приблизительно 19 мм от дна, позволяющими удерживать тавотницу приблизительно в точке, показанной на рисунке 2.

[3)] Для этой цели пригодно боросиликатное стекло.



1 — термометр; *2* — прорези в пробке для вентиляции; *3* — направляющее пробковое кольцо, зазор между кольцом и пробиркой, равный 1,5 мм; *4* — пробирка из боросиликатного стекла; *5* — три углубления, расположенные на одинаковом расстоянии друг от друга, для удерживания чашки

Рисунок 2 — Аппарат в сборе

6.3 Два термометра с диапазоном измерения, приведенным ниже, соответствующие требованиям ASTM E 1.

Температурный диапазон	Номер термометра	
	ASTM	IP
от – 5 °С до + 300 °С включ.	2C	62C

6.4 Вспомогательное оборудование

Масляная баня, представляющая собой химический стакан вместимостью 400 см^3, с перемешивающим устройством, штатив, поддерживающее кольцо, зажимы для термометров, две пробки (см. рисунок 2), полированный металлический стержень диаметром 1,2—1,6 мм, длиной 150—152 мм (см. рисунок 3), калибр-пробка для чашки и указатель уровня погружения термометра, приведенные на рисунке 1.

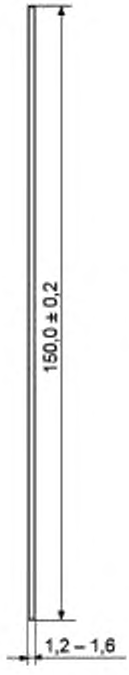


Рисунок 3 — Отполированный металлический стержень

Предупреждение — Температура вспышки жидкости в масляной бане должна быть выше максимальной температуры в бане[4], при этом необходимо учитывать термическое расширение жидкости. Жидкость следует нагревать с помощью погружного электронагревательного прибора с регулируемым напряжением. Не используют в качестве источника тепла открытое пламя.

Предупреждение — Следует с осторожностью использовать электрическую плитку, чтобы избежать попадания смазки на горячую поверхность.

7 Отбор проб

7.1 При подготовке к испытанию образец проверяют на однородность (разделение смазки, фазовые изменения или общее загрязнение). Если обнаружены такие нарушения, используют новый образец.

8 Подготовка аппаратуры

8.1 Чашку и испытательную пробирку тщательно очищают уайт-спиритом по ASTM D 235.

Предупреждение — Воспламеняем, пары вредны.

8.2 Используют только чистые чашки, не содержащие остатка от предыдущих испытаний. Не используют чашку с изношенным внутренним покрытием.

8.3 Проверяют размеры новых чашек с помощью калибра-пробки (см. рисунок 1). Диаметр отверстия дна чашки проверяют, используя в качестве калибра стержни диаметром 2,78 и 2,82 мм. В отверстие должен легко проходить стержень диаметром 2,78 мм и не проходить стержень диаметром 2,82 мм[5]. Если отверстие мало, его следует рассверлить до нужного размера или не использовать чашку. Если отверстие слишком большое, чашку не применяют.

[4] Если температура бани должна быть выше 288 °С, используют жидкость Dow Corning 710. Dow Corning — зарегистрированное торговое наименование Dow Corning Corp, Midland, MI 48686.

[5] Используют сверла 7/64 дюйма и № 34 соответственно.

8.4 Испытательная пробирка должна быть чистой, без осадка. Пробирка должна быть без сколов, трещин, выкрашивания, вмятин, при необходимости пробирку меняют.

8.5 Проверяют направляющую кольца пробки и верхнюю пробку на обугливание и отсутствие деформации. Общий зазор между направляющей кольца пробки и внутренней стенкой испытательной пробирки должен быть 1,5 мм. При несоответствии меняют пробку или направляющую кольца пробки.

8.6 Проверяют шарик ртутного резервуара термометра, который будет использоваться в пробирке для испытания, и очищают от осадка (при наличии).

9 Проведение испытания

9.1 Заполняют чашку полностью испытуемой смазкой, погружая в смазку. Избыток смазки срезают шпателем или ножом. Удерживая чашку в вертикальном положении малым отверстием вниз, аккуратно опускают ее на металлический стержень до тех пор, пока он не выступит приблизительно на 25 мм. Сохраняя это положение, поворачивают чашку на стержне указательным пальцем так, чтобы она перемещалась по спирали вниз по стержню и удаляла часть смазки конической формы, прилипшей к стержню. После достижения чашкой конца стержня, его аккуратно вынимают из чашки, чтобы на внутренней поверхности чашки осталась гладкая, без пузырьков пленка смазки воспроизводимой толщины (см. рисунок 4).

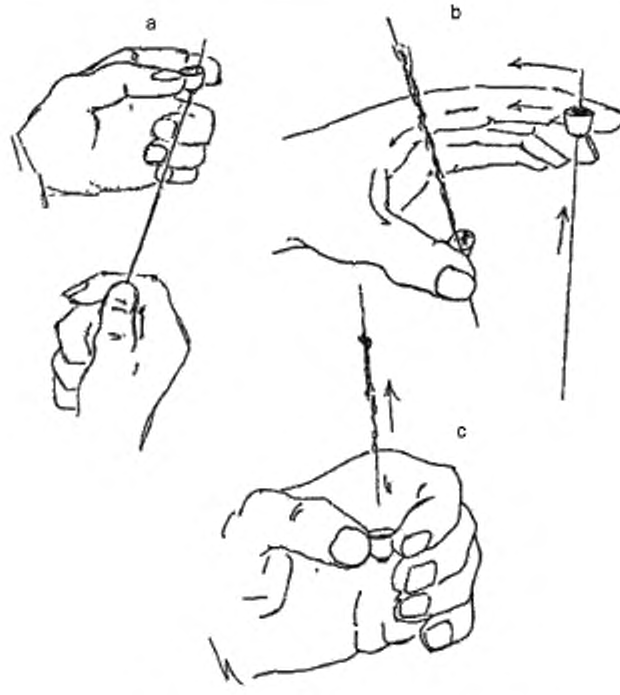


Рисунок 4 — Процедура заполнения чашки

9.2 Устанавливают пробки на термометр в испытательной пробирке, как показано на рисунке 2. Используя указатель уровня погружения термометра, помещенного в испытательную пробирку, регулируют положение верхней пробки на термометре таким образом, чтобы шарик термометра находился на дне указателя уровня погружения. Отмечают положение верхней пробки относительно термометра, а также положение верха испытательной пробирки относительно пробки. При повторной сборке аппарата проверяют, чтобы термометр и чашка, заполненная смазкой и помещенная в испытательную пробирку, были погружены на одну глубину.

9.3 Устанавливают термометр на заданную глубину в чашку со смазкой, как показано на рисунке 2. При этом шарик термометра не должен касаться образца смазки и чашки.

9.4 Погружают испытательную пробирку в масляную баню на глубину, соответствующую отметке на термометре 76 мм, при этом ободок испытательной пробирки должен находиться не менее чем на 6 мм выше уровня масла.

9.5 Помещают второй термометр в масляную бане так, чтобы резервуар ртутного шарика был на одном уровне с резервуаром ртутного шарика термометра в пробирке для испытания.

9.6 Нагревают при перемешивании содержимое масляной бани со скоростью от 4 °С до 7 °С в минуту до достижения температуры приблизительно на 17 °С ниже предполагаемой температуры каплепадения пластичной смазки.

При этой температуре снижают скорость нагревания, чтобы разность температур в пробирке и масляной бане была в пределах от 1 °С до 2 °С, затем продолжают нагревание со скоростью 1,0 °С/мин — 1,5 °С/мин до тех пор, пока смазка постепенно не начнет выступать через отверстие чашки.

При падении первой капли пластичной смазки регистрируют температуру на обоих термометрах, вычисляют среднеарифметическое значение с точностью до ближайшего градуса и регистрируют как температуру каплепадения.

Примечание 2 — Некоторые пластичные смазки при плавлении образуют каплю с нитеобразным хвостом, который может оторваться или удерживаться до тех пор, пока капля не достигнет дна испытательной пробирки; в любом случае за температуру каплепадения следует принимать температуру, отмечаемую при достижении каплей дна пробирки для испытания.

Примечание 3 — Известно, что температура каплепадения некоторых смазок, например содержащих алюминиевые мыла, при старении снижается, причем изменение температуры каплепадения значительно больше отклонения, допускаемого для результатов, полученных в разных лабораториях. Поэтому сравнительные межлабораторные испытания следует производить в пределах шести дней.

9.7 Можно одновременно в одной бане проводить два определения при условии, что оба образца для испытания имеют приблизительно одну температуру каплепадения.

10 Оформление результатов

10.1 Записывают результат, округленный до ближайшего градуса, как температуру каплепадения по данному методу.

11 Прецизионность и смещение[6)]

11.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода испытания получена по результатам статистического анализа межлабораторных испытаний.

11.1.1 Повторяемость *r*

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 в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующее значение только в одном случае из двадцати:

$$r = 7\ °C. \quad (1)$$

11.1.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытания, полученными разными операторами, работающими 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:

$$R = 13\ °C. \quad (2)$$

[6)] Отсутствует отчет испытания, т. к. метод был разработан до создания руководств по научно-исследовательским работам. Статистический метод используется для определения точности неизвестной величины.

Примечание 4 — Несмотря на то что данные, полученные при межлабораторных испытаниях, показывают, что прецизионность значительно менялась в зависимости от диапазона температуры каплепадения, для определения прецизионности использовали статистический анализ набора совместных данных. Эти данные приведены в статье «Отчет технического комитета ASTM G по методам определения температуры каплепадения пластичных смазок» П. Р. Мак-Карти, представителя Национального института смазочных материалов (США) (NLGL), т. 31, 1967, стр. 76.

11.1.3 Смещение

Данный метод не имеет смещения, поскольку значение температуры каплепадения можно определить только в терминах настоящего стандарта.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 217	—	*
ASTM D 235	—	*
ASTM D 2265	IDT	ГОСТ 32322—2013 «Смазки пластичные. Определение температуры каплепадения в широком диапазоне температур»
ASTM E 1	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 662.753.001.4:006.354 МКС 75.100

Ключевые слова: пластичная смазка, температура каплепадения, определение

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *А.В. Софейчук*

Сдано в набор 23.09.2019. Подписано в печать 19.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru