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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34236— 2017

ТОПЛИВА ДИСТИЛЛЯТНЫЕ ЛЕГКИЕ И СРЕДНИЕ

Определение размеров и количества частиц диспергированных примесей автоматическим счетчиком частиц

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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2017 г. № 102-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2017 г. № 1304-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34236—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 7619—12a «Стандартный метод определения количества и размеров частиц в легких и средних дистиллятных топливах автоматическим счетчиком частиц» («Standard test method for sizing and counting particles in light and middle distillate fuels, by automatic particle counter», IDT).

Стандарт разработан Подкомитетом ASTM D02.14 «Stability and cleanliness of liquid fuels» («Стабильность и чистота жидких топлив») Технического комитета ASTM D02 «Petroleum products and lubricants» («Нефтепродукты и смазочные материалы»).

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

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 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, 2017, 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 ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 3
5 Назначение и применение . . . 3
6 Аппаратура . . . 4
7 Реактивы и материалы . . . 4
8 Отбор проб . . . 4
9 Подготовка аппарата . . . 5
10 Подготовка испытуемого образца . . . 5
11 Проверка и калибровка аппаратуры . . . 5
12 Проведение испытаний . . . 6
13 Оформление результатов . . . 7
14 Прецизионность и смещение . . . 8
Приложение А1 (обязательное) Автоматический аппарат для определения количества частиц . . . 10
Приложение Х1 (справочное) Представление прецизионности в виде таблиц и графиков . . . 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам . . . 14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВА ДИСТИЛЛЯТНЫЕ ЛЕГКИЕ И СРЕДНИЕ

Определение размеров и количества частиц диспергированных примесей автоматическим счетчиком частиц

Light and middle distillate fuels.
Determination of sizing and counting dispersive particles by automatic particle counter

Дата введения — 2019—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение размеров и количества диспергированных частиц грязи, капель воды и других частиц автоматическим счетчиком частиц (АРС)[1] в легких и среднедистиллятных топливах, а также биотопливах, например базовом биодизельном топливе и смесях биодизельного топлива в общем диапазоне от 4 до 100 мкм (с) и в диапазонах ≥ 4 мкм (с), ≥ 6 мкм (с) и ≥ 14 мкм (с).

Примечание 1 — Область применения настоящего стандарта включает топлива по стандартам ASTM и военным спецификациям: классы 1D и 2D по ASTM D 975, ASTM D 1655, ASTM D 3690, ASTM D 4814 (см. 14.1.1.1), ASTM D 6751, ASTM D 7467, дистилляты по ASTM D 396 и ASTM D 2880, MIL-DTL-83133 и MIL-DTL-16884.

Примечание 2 — В настоящем стандарте капли воды считают частицами, а агломерат частиц детектируют и учитывают как одну частицу большого размера. Примеси включают биологические частицы. Измеряемую площадь частицы выражают в виде диаметра сферы.

Примечание 3 — Обозначение (с), указываемое после размера частиц, означает, что аппарат откалиброван в соответствии с ISO 11171 и его применяют только для частиц размером не более 50 мкм.

Примечание 4 — Настоящий стандарт можно использовать для определения количества частиц размером не более 100 мкм (с), однако прецизионность установлена только для частиц размером ≥ 4 мкм (с), ≥ 6 мкм (с) и ≥ 14 мкм (с). Результаты всех измерений приводят в расчете на 1 $см^3$.

1.2 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. Значения в скобках приведены только для информации.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты ASTM[2]

ASTM D 396, Specification for fuel oils (Спецификация на нефтяные топлива)
ASTM D 975, Specification for diesel fuel oils (Спецификация на дизельные топлива)

[1] Единственным изготовителем автоматического счетчика частиц, известным комитету в настоящее время, является SETA-AvCount, аппарат можно приобрести в Stanhope-Seta, London Street, Chertsey, Surrey KT16 8AP UK.

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

Издание официальное

ASTM D 1655, Specification for aviation turbine fuels (Спецификация на авиационные турбинные топлива)

ASTM D 2880, Specification for gas turbine fuel oils (Спецификация на топлива для газотурбинных двигателей)

ASTM D 3699, Specification for kerosine (Спецификация на керосин)

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)

ASTM D 4814, Specification for automatic spark-ignition engine fuel (Спецификация на моторное топливо для двигателей с искровым зажиганием)

ASTM D 5854, Practice for mixing and handling of liquid samples of petroleum and petroleum products (Практика смешения и обращения с жидкими образцами нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 6300, Practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants (Руководство по определению прецизионности и смещения в методах испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов)

ASTM D 6751, Specification for biodiesel fuel blend stock (B100) for middle distillate fuels [Спецификация на базовое биодизельное топливо (B100) для среднедистиллятных топлив]

ASTM D 7467, Specification for diesel fuel oil, biodiesel blend (B6 to B20) [Спецификация на дизельное топливо, биодизельная смесь (от B6 до B20)]

2.2 Приложения к ASTM

ADJ6300 D2PP, Determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products (Определение прецизионности и смещения для методов испытаний нефтепродуктов)

2.3 Стандарты ISO[3)]

ISO 11171, Hydraulic fluid power — Calibration of automatic particle counters for liquids (Гидравлический привод. Калибровка автоматических счетчиков частиц в жидкости)

ISO 4406, Hydraulic fluid power — Fluids — Method for coding level of contamination by solid particles (Гидравлический привод. Жидкости. Метод классификации степени загрязнения твердыми частицами)

ISO 12104-A1, Specification for ultra fine test dust (UFTD) [Спецификация на тонкодисперсную тестовую пыль (UFTD)]

ISO 12103-A3, Specification for medium test dust (MTD) [Спецификация на среднедисперсную тестовую пыль (MTD)]

2.4 Спецификации Министерства обороны США[4)]

MIL-DTL-83133, Turbine fuel, aviation, kerosine type, JP-8 (NATO F-34), NATO F-35 и JP-8+100 (NATO F-37) [Авиационное турбинное топливо керосинового типа JP-8 (NATO F-34), NATO F-35 и JP-8+100 (NATO F-37)]

MIL-DTL-16884Ю, Fuel, naval distillate (Топливо судовое дистиллятное)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **частицы** (particles): Твердые частицы и диспергированные капельки воды, которые детектируют и подсчитывают по настоящему методу.

3.1.2 **количество частиц** (particle count): Сумма числа твердых частиц и диспергированных капелек воды.

3.1.3 **размер частицы**, мкм (c) [particle size, μm(c)]: Вычисленная площадь эквивалентного диаметра сферических частиц, проходящих через ячейку детектора в соответствии с ISO 11171.

[3)] Можно приобрести в Американском национальном институте стандартов (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, или на сайте http://www.ansi.org.

[4)] Документы можно найти в сети Интернет на сайте gost.e-ecolog.ru , или gost.e-ecolog.ru com/, или заказать: 700 Robbins Avenue, Building 4D, Philadelphia, PA 19111-5094.

3.1.4 **совокупный гранулометрический состав частиц** (particle size cumulative count): Общее число частиц в 1 см^3 по размерам ≥ 4 мкм (c), ≥ 6 мкм (c) и ≥ 14 мкм (c).

3.1.4.1 **Пояснение** — Автоматические счетчики частиц также могут подсчитывать общее число частиц в 1 см^3 в других диапазонах, дополнительно к указанным в 3.1.4, до размера ≥ 100 мкм.

3.1.5 **коды ISO** (ISO Codes): Стандартный метод кодирования степени загрязнения частицами.

3.1.5.1 **Пояснение** — Результаты испытаний выражают кодами ISO в соответствии с ISO 4406. Коды записывают в виде *x*/*y*/*z*, где *x*, *y* и *z* являются кодами ISO, эквивалентными подсчитанному числу частиц в 1 см^3 для размеров ≥ 4 мкм (c), ≥ 6 мкм (c) и ≥ 14 мкм (c) соответственно (см. приложение X1).

Примечание 5 — Общее количество частиц, присутствующее в 1 см^3.

3.1.6 **предел погрешности совпадения** (coincidence error limit): Максимальная концентрация тонкодисперсной контрольной пыли по ISO (ISO 12103-A1 и ISO UFTD), которую можно посчитать автоматическим счетчиком частиц с погрешностью не более 5 %, обусловленная присутствием в оптическом пути датчика/лазера более одной частицы одновременно.

3.1.7 **испытуемый образец** (test specimen): Аликвота пробы для испытания (см. раздел 10).

4 Сущность метода

4.1 Оптическая измерительная ячейка включает источник оптического излучения и оптический датчик. Принципом работы является измерение снижения потока лазерного излучения. Вовлеченные в испытуемый образец частицы/капли отбрасывают тени на оптический датчик, что приводит к уменьшению выходного напряжения датчика. Падение напряжения зависит от размера частиц/капель. Подсчитывают и регистрируют каждую детектированную частицу и определяют ее размер. По окончании испытания программное обеспечение вычисляет и выводит на экран число событий затенения для каждого установленного диапазона размеров.

4.2 Образец для испытаний перемешивают в контейнере для суспендирования частиц. В момент начала испытания автоматический счетчик частиц АРС отбирает образец для испытаний непосредственно из контейнера (см. рисунок А1.1 приложения А1). Процедура испытания начинается с промывки оптической измерительной ячейки и трубок 30 см^3 образца. После этого сразу следует испытание 10 см^3 испытуемого образца, в котором подсчитываются частицы в каждом установленном диапазоне размеров. Затем повторяют промывку и измерение. Если измеренное число частиц в диапазоне ≥ 4 мкм (c) в 1 см^3 согласуется с точностью до 10 % или 200 подсчитанных частиц, результаты измерений для каждой группы размеров усредняют, чтобы выдать результаты на 1 см^3 для каждой группы размеров.

5 Назначение и применение

5.1 Настоящий метод можно использовать для оценки чистоты дистиллятных топлив и жидких биотоплив в лаборатории и в полевых условиях. Он не пригоден для применения в режиме онлайн или в поточном режиме.

5.2 Настоящий метод имеет преимущество перед традиционными методами фильтрования, поскольку является точным быстрым методом, и перед визуальными методами, поскольку не является субъективным.

5.3 Увеличение количества частиц может указывать на изменение состояния топлива, например при хранении или перекачке.

5.4 Сильное загрязнение частицами может быть причиной засора фильтра и серьезно влиять на срок службы насосов, инжекторов, поршней и других движущихся деталей. Информация о размере частиц может быть необходима для металлических деталей, особенно если известна твердость частиц.

5.5 Настоящий метод устанавливает минимальное требование к представлению результатов измерений в диапазонах размеров частиц (см. А1.1.2 приложения А1). Для некоторых специальных областей применения могут потребовать измерения в других диапазонах размеров частиц.

5.6 Особенно важно для способа подсчета частиц получение представительного образца и соблюдение рекомендуемых процедур подготовки проб и испытуемого образца (см. разделы 8, 10, пункт 14.1.4 и примечание 8).

6 Аппаратура

6.1 Счетчик частиц APC автоматический

Автоматический счетчик частиц работает по принципу затенения потока лазерного излучения и включает оптический измерительный элемент, реверсивный двухплунжерный насос, электронику, а также программное обеспечение для анализа испытуемого образца, вывода на дисплей и печати данных измерения частиц (см. приложение А1).

6.2 Контейнер для испытуемого образца

Контейнер цилиндрический стеклянный или из другого подходящего материала вместимостью не менее 125 $см^3$ с возможностью удерживания трубки для ввода испытуемого образца не менее чем на 10 мм выше дна контейнера, с крышкой, оснащенной уплотнительной прокладкой из подходящего инертного материала.

Примечание 6 — Рекомендуется использовать стеклянные контейнеры для образцов, чтобы избежать потенциальных проблем из-за частиц, прилипших к внутренним поверхностям контейнеров из-за статического электричества, которое может возникнуть в некоторых образцах или контейнерах для образцов.

6.3 Контейнер для отходов. Контейнер для сбора испытанных образцов.

6.4 Прибор универсальный фильтровальный для фильтрования гептана и других растворителей.

6.4.1 Фильтры мембранные целлюлозные, стекловолоконные или из поликарбоната с размером пор 0,45 мкм.

6.5 Оргтехника для регистрации подробной информации и результатов.

7 Реактивы и материалы

7.1 Жидкости для проверки и калибровочные жидкости[5)], содержащие среднедисперсную контрольную пыль ISO MTD по ISO 12103-A3.

7.2 Гептан квалификации ч. д. а., профильтрованный через фильтр с размером пор 0,45 мкм.

7.2.1 Готовят гептан фильтрованием через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм (см. 6.4.1), находящийся в приборе для фильтрования (см. 6.4). Хранят гептан в контейнере, подготовленном по 10.2. (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся. Опасен для здоровья.)

8 Отбор проб

8.1 Если отсутствуют другие указания, отбирают не менее 100 $см^3$ пробы по ASTM D 4057, ASTM D 5854, ASTM D 4177 или другим аналогичным методом.

8.2 Важно отобрать представительную пробу, но следует избегать мощных смесителей, т. к. это может видоизменить частицы, разбить агломерированные частицы и вовлечь воздух (см. 14.1.4 и 10.1.2).

8.3 Используют контейнер для пробы, обеспечивающий транспортирование пробы без загрязнения. Например, можно использовать металлические контейнеры, полностью футерованные эпоксидной смолой или из янтарного стекла с винтовой крышкой, снабженной уплотнителем из инертного материала, обеспечивающим герметичность контейнера.

8.4 Перед отбором пробы промывают контейнеры не менее трех раз отбираемым продуктом. При каждой промывке используют количество продукта, соответствующее от 10 % до 20 % от вместимости контейнера. При промывании закрывают контейнер с продуктом, встряхивают не менее 5 с и затем продукт утилизируют.

8.5 Не следует заполнять контейнер образцом более чем на 90 %. Переполнение отрицательно сказывается на подготовке испытуемого образца по 10.1.

8.6 Следует обеспечить получение представительных образцов при отборе аликвоты или делении пробы и хранении в исходном контейнере. Процедуры, подходящие для настоящего метода подсчета частиц, приведены в 10.1.2 и 10.1.

[5)] Единственным источником поверочных и калибровочных жидкостей, известным в настоящее время, являются Stanhope-Seta, London Street, Chertsey, Surrey KT16 8AP UK.

9 Подготовка аппарата

9.1 АРС следует размещать в соответствии с инструкцией изготовителя по эксплуатации и требованиями по поверке и калибровке, приведенными в разделе 11, и А1.4 приложения А1.

9.2 Устанавливают рабочий режим аппарата в соответствии с инструкцией изготовителя.

9.3 Перед каждой серией испытаний очищают наружную поверхность трубки для ввода испытуемого образца чистым гептаном или другим фильтрованным растворителем.

9.4 Испытания начинают с промывания аппарата фильтрованным гептаном.

9.5 При испытании образца с измерением более 20 000 частиц в 1 $см^3$ размером ≥ 4 мкм (c) выполняют всю последовательность процедуры испытания (два промывания и два измерения, как указано в разделе 12) с использованием фильтрованного гептана для очистки и промывания измерительной ячейки и внутренней поверхности соединительной трубки перед испытанием других образцов.

10 Подготовка испытуемого образца

10.1 Аккуратно встряхивают контейнер с пробой не менее 1 мин для обеспечения отбора представительного испытуемого образца.

10.1.1 Для испытаний необходимо отобрать представительный образец, но при этом следует избегать применения электрических смесителей или интенсивного перемешивания, т. к. это может привести к модификации частиц, разрушению агломерированных частиц и вовлечению воздуха (см. 14.1.4).

10.1.2 Соответствующее перемешивание можно осуществлять одним из способов:

a) опрокидыванием контейнера с пробой вручную или с использованием соответствующего автоматического опрокидывателя, выполняющего не менее 60 опрокидываний, приблизительно по одному опрокидыванию в секунду;

b) переворачиванием контейнера для пробы вперед и назад не менее 60 раз приблизительно по одному переворачиванию в секунду;

c) с использованием вращающегося цилиндра, выполняя не менее 60 полных оборотов.

Можно использовать другие способы осторожного встряхивания при условии получения представительного образца для испытаний.

10.2 Используют чистый контейнер для пробы или промывают контейнер три раза образцом, который предполагают испытать. Для каждого промывания используют количество продукта, равное от 10 % до 20 % от вместимости контейнера. Процедура промывания предусматривает закрытие и встряхивание контейнера не менее 5 с и последующий слив продукта. Можно очистить контейнер для пробы тщательным промыванием его отфильтрованным гептаном (см. 7.2) с последующим высушиванием в чистой среде.

10.2.1 Эффективность очистки контейнера для пробы можно проверить проведением испытания образца фильтрованного гептана (см. 7.2) из очищенного контейнера для пробы. Должно быть не более 100 подсчетов при измерении частиц ≥ 4 мкм (c).

10.3 Сразу после аккуратного встряхивания заливают перемешанный образец в контейнер для пробы и закрывают чистой крышкой. Заполняют контейнер пробой не более чем на 90 % его вместимости.

Примечание 7 — Сильное встряхивание или механическое перемешивание может приводить к образованию мелкодисперсных микропузырьков, которые будут подсчитываться как твердые частицы. Ультразвуковая обработка испытуемых образцов может приводить к разрушению агломерированных частиц на более мелкие частицы, что может повлиять на количество частиц.

11 Проверка и калибровка аппаратуры

11.1 Проверка

11.1.1 Правильность работы АРС проверяют по 11.1.1.1 и разделу 12 не реже одного раза в 6 мес в соответствии с требованиями органов по управлению качеством, используя жидкость для проверки (см. 7.1). Полученный результат измерения должен быть равен или не более $R/\sqrt{2}$ плюс погрешность подсчета для жидкости для проверки от сертифицированного значения для частиц ≥ 4 мкм (c), где R — воспроизводимость метода. Если полученный результат выходит за пределы этого значения, следует убедиться, что подготовка образца соответствует инструкции изготовителя, проверить срок годности

жидкости для проверки и выполнить дополнительное испытание с фильтрованным гептаном, чтобы убедиться в чистоте входной трубки и измерительной ячейки. Затем повторяют проверку. Если результат все еще выходит за пределы разрешенного допуска, следует обратиться к изготовителю.

11.1.1.1 При подготовке жидкости для проверки следуют инструкциям изготовителя.

Примечание 8 — Неправильное выполнение предварительной обработки проверочного материала может приводить к подсчетам частиц, не отвечающих критерию проверки, установленному в 11.1.1 и 11.1.1.1.

11.2 Калибровка

11.2.1 АРС в соответствии с ISO 11171 калибруют не реже одного раза в год в соответствии с требованиями органов по управлению качеством или изготовителя.

11.2.1.1 Следуют инструкциям изготовителя о заводской калибровке или калибровке на месте с использованием встроенной функции самодиагностики и программного обеспечения калибровки.

11.2.2 Скорость потока испытуемого образца через измерительную ячейку при калибровке, проверке и испытании должна быть одна и та же.

11.2.3 После калибровки проверяют правильность работы АРС в соответствии с 11.1.

12 Проведение испытаний

12.1 Перед началом испытания осторожно встряхивают испытуемый образец, подготовленный по 10.1—10.3, не менее 1 мин, затем выдерживают приблизительно 60 с и начинают испытание. Если после встряхивания испытание не начинают в течение 90 с, испытуемый образец повторно осторожно встряхивают.

Примечание 9 — Указанное время (60—90 с) включает время установки трубки для ввода испытуемого образца.

12.1.1 Соответствующее перемешивание можно осуществлять одним из способов:

a) опрокидыванием контейнера с пробой вручную или с использованием соответствующего автоматического опрокидывателя, выполняющего не менее 60 опрокидываний, приблизительно по одному опрокидыванию в секунду;

b) переворачиванием контейнера для пробы вперед и назад не менее 60 раз приблизительно по одному переворачиванию в секунду;

c) с использованием вращающегося цилиндра, выполняя не менее 60 полных оборотов.

Можно использовать другие способы осторожного встряхивания при условии получения представительного образца для испытаний.

12.2 Допускается проводить испытание образца непосредственно из контейнера для образца, если контейнер для образца, затвор контейнера и объем образца позволяют отбирать образец автоматическим счетчиком частиц, а образец осторожно встряхивался, как указано в 10.1. При этом оставшийся образец может быть непригоден для проведения других испытаний из-за возможности перекрестного загрязнения.

Примечание 10 — Проведение испытаний непосредственно из контейнера с пробой уменьшает возможность введения в испытуемый образец загрязняющих частиц.

12.3 Убеждаются в том, что очищенная трубка для отбора (ввода) испытуемого образца находится ниже уровня топлива, что обеспечивает использование достаточного количества топлива (80 $см^3$) для последовательных испытаний.

12.4 Трубка для ввода испытуемого образца не должна касаться стенок контейнера и располагаться выше 10 мм от дна контейнера, чтобы избежать возможности засорения.

12.5 Запускают последовательность процедур (см. 12.1) в соответствии с инструкциями изготовителя. В таблице 1 приведена последовательность процедур испытания.

12.6 Скорость потока образца должна быть фиксированной и одинаковой при испытании, проверке и калибровке и не должна регулироваться оператором.

12.7 Насос должен обеспечивать подачу 30 $см^3$ испытуемого образца через трубку ввода в оптическую ячейку для промывания и очистки. Затем подают 10 $см^3$ испытуемого образца в оптическую ячейку для измерения. Регистрируют результат измерений, который должен быть вычислен на 1 $см^3$.

12.8 Примерно через 15 с после завершения первого измерения повторяют промывание ячейки порцией образца 30 $см^3$ и измерение 10 $см^3$ образца.

Таблица 1 — Последовательность автоматического испытания

Процедура	Время, с	Встряхивание	Подготовка	Промывание	Подсчет	Регистрация	Промывание	Подсчет	Регистрация
Осторожное встряхивание испытуемого образца	> 60	xxxxxx							
Подготовка аппаратуры	60—90		xxxxxx						
Промывание 30 см^3	60			xxxxxx					
Измерение 10 см^3	20				xx				
Регистрация измерений	< 15					x			
Промывание 30 см^3	60						xxxxxx		
Измерение 10 см^3	20							xx	
Регистрация измерений	< 15								x

12.9 Вычисляют среднеарифметическое значение результатов двух измерений для частиц ≥ 4 мкм (с) по 12.7 и 12.8. Если любой из критериев, приведенных в 12.9.1 и 12.9.2, соблюдается, то за результат измерений принимают среднеарифметическое значение для каждого диапазона размеров частиц.

12.9.1 Расхождение результатов двух измерений для частиц ≥ 4 мкм (с) (на 1 см^3) по 12.7 и 12.8 составляет не более 10 % от среднеарифметического значения.

12.9.2 Расхождение результатов двух измерений для частиц ≥ 4 мкм (с) (на 1 см^3) по 12.7 и 12.8 составляет не более 200 частиц.

12.10 Если расхождение результатов двух измерений для частиц ≥ 4 мкм (с) по 12.7 и 12.8 не соответствует одному из критериев, приведенному в 12.9.1 и 12.9.2, повторяют промывание порцией образца 30 см^3 и измерение 10 см^3 образца один или два раза до тех пор, пока не будет соблюдаться любой из критериев. Если не выполняется ни один из критериев или нет достаточного количества пробы для испытаний, записывают результат последнего измерения (см. 12.8) и несоответствие критерию или повторяют всю последовательность испытаний со свежим образцом.

Примечание 11 — Например, если результатами двух измерений частиц размером ≥ 4 мкм (с) по 12.7 и 12.8 являются 500 и 600 частиц, то 10 % их среднего числа будет составлять 55 частиц. Разность между результатами измерений составила 100 частиц, и критерий по 12.9.1 не выполнен, однако разность между результатами этих двух измерений менее 200 частиц и второй критерий по 12.9.2 соблюден, т. е. результатом измерения будет среднеарифметическое значение двух подсчетов частиц, а именно 550 частиц для диапазона ≥ 4 мкм (с).

Примечание 12 — Между испытаниями образцов можно проводить испытание фильтрованного гептана (см. 7.2) или другого соответствующего растворителя, чтобы убедиться, что АРС и трубка подачи испытуемого образца не содержат загрязнений, оставшихся от предыдущих испытаний.

12.11 Следуют инструкциям изготовителя относительно процедур выключения АРС.

13 Оформление результатов

13.1 Записывают следующую информацию.

13.1.1 Обозначение настоящего стандарта.

13.1.2 Идентификацию образца.

13.1.3 Дату проведения испытаний.

13.1.4 Совокупный гранулометрический состав частиц по размерам ≥ 4 мкм (с), ≥ 6 мкм (с) и ≥ 14 мкм (с) в 1 см^3.

13.1.5 Код уровней загрязнения ISO по ISO 4406 в зависимости от количества частиц ≥ 4 мкм (с), ≥ 6 мкм (с) и ≥ 14 мкм (с) (см. приложение X1).

13.1.6 Любое отклонение от установленных процедур.

13.1.7 При разногласиях записывают используемую модель прибора и версию установленного программного обеспечения.

14 Прецизионность и смещение

14.1 Определение прецизионности

14.1.1 Прецизионность, установленная в 14.2 и 14.3, получена на основании результатов межлабораторных сравнительных исследований в 2006 г., в которых принимали участие пять операторов в одной лаборатории, выполнявших испытания 15 образцов, каждый в двух экземплярах, в произвольном порядке с использованием пяти аналогичных приборов. Испытывали автомобильное дизельное топливо, базовое биодизельное топливо, биодизельную смесь, газойль, керосин (авиационные турбинные топлива Jet A-1 и JP-8), судовое дизельное топливо и бензин. Установлено, что для одного из образцов превышен предел погрешности совпадения (см. 3.1.6), следовательно, результаты испытаний для этого образца не могут быть представительными и этот образец не был включен в статистический анализ. Еще один образец был забракован, т. к. установлена нестабильность частиц.

14.1.1.1 Два образца бензина, использованные в межлабораторных сравнительных исследованиях (ILS), не являлись смесями бензина со спиртом.

14.1.2 Диапазон вязкости образцов, использованных в межлабораторных исследованиях, составлял от 0,7 до 4,6 мм^2/с при температуре 40 °С. Можно проводить испытания образцов, вязкость которых не соответствует этому диапазону, но прецизионность может не соответствовать установленным значениям. Обычно автоматические счетчики частиц могут проводить измерение частиц в образцах, имеющих более высокую вязкость.

14.1.3 Прецизионность была получена на основании статистической обработки результатов лабораторных исследований по ASTM D 6300 с использованием ADJ6300 D2PP. Число степеней свободы соответствовало требованиям ASTM D 6300—07 (> 30). В настоящее время в соответствии с ASTM D 6300 требуется участие не менее шести лабораторий (при отсутствии неудовлетворительных данных пилотной программы), однако в межлабораторных сравнительных исследованиях принимали участие только пять лабораторий[6] (в соответствии с ASTM D 6300—06 требовалось не менее пяти лабораторий). Подробные данные статистического анализа приведены в научно-исследовательском отчете[7].

14.1.4 Поскольку прецизионность установлена по результатам, полученным в одном местоположении, воспроизводимость при сравнении результатов, полученных в разное время и в разных местах, может быть несопоставима из-за влияния отбора проб, транспортирования, хранения и параметров окружающей среды. На практике два результата, полученные в другом местоположении, могут быть приемлемыми, если их расхождение не превышает установленной воспроизводимости. При разногласиях в оценке количества частиц в образце рекомендуется проводить испытания свежеполученных образцов обеими сторонами на месте хранения резервуаров, используя одни и те же процедуры отбора проб. Это обеспечит проведение испытаний номинально идентичных образцов одной или обеими сторонами и возможность применения прецизионности, приведенной в 14.2 и 14.3.

Примечание 13 — Образцы, использованные в межлабораторных сравнительных исследованиях (ILS), были аккуратно подготовлены и распределены для обеспечения их номинальной идентичности в соответствии с 14.2 и 14.3. Методы отбора проб, которые не обеспечивают получение представительного образца, могут приводить к получению разных результатов в разных лабораториях (см. 14.1.4).

Примечание 14 — В приложении X1 прецизионность приведена в табличной и графической форме в соответствии с размерами частиц и кодами ISO.

14.2 Повторяемость *r*

Расхождение результатов двух 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 указанное значение только в одном случае из 20. В таблице 2 приведены повторяемость и соответствующие диапазоны размеров частиц (кумулятивная встречаемость) ≥ 4 мкм (c), ≥ 6 мкм (c) и ≥ 14 мкм (c).

---

[6] В данном случае за одну лабораторию была условно принята комбинация «один оператор + один прибор».

[7] Подтверждающие данные могут быть получены в ASTM International Headquarters при запросе исследовательского отчета RR:D02-1696.

Таблица 2 — Прецизионность и диапазон для 1 см^3

Диапазон размеров частиц	Диапазон результатов	Повторяемость r	Воспроизводимость R
≥ 4 мкм (с)	369—49633	$0{,}6095X^{0{,}85}$	$0{,}8542X^{0{,}85}$
≥ 6 мкм (с)	82—14013	$0{,}6095X^{0{,}85}$	$0{,}8542X^{0{,}85}$
≥ 14 мкм (с)	4—3568	$0{,}74X^{0{,}76}$	$0{,}5846X$
X — среднеарифметическое значение сравниваемых результатов.			

14.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами с использованием разной аппаратуры на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать указанное значение только в одном случае из 20. В таблице 2 приведены воспроизводимость и соответствующие диапазоны размеров частиц (кумулятивная встречаемость) ≥ 4 мкм (с), ≥ 6 мкм (с) и ≥ 14 мкм (с).

14.4 Смещение

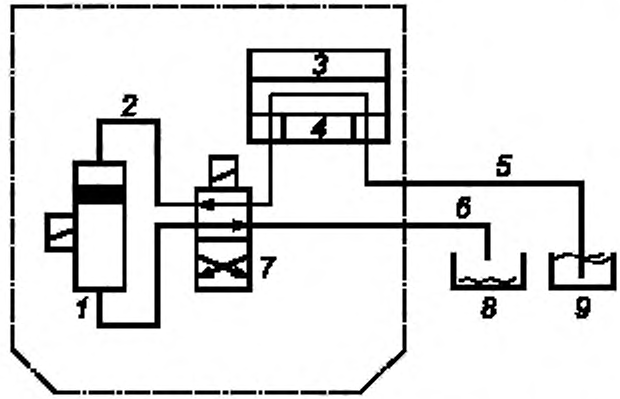
Настоящий метод не имеет смещения, поскольку результаты определены только в терминах настоящего метода испытания.

Приложение А1
(обязательное)

Автоматический аппарат для определения количества частиц

А1.1 Общие положения

Автономный автоматический аппарат с микропроцессорным управлением насосом, многоходовым клапаном и датчиком для циклов измерения и промывания. На рисунке А1.1 приведена схема АРС.



1 — двухплунжерный насос; *2* — оптическая измерительная ячейка; *3* — датчик; *4* — лазер; *5* — впуск (вход); *6* — выпуск (выход); *7* — автоматический многоходовой клапан; *8* — контейнер для отходов; *9* — контейнер для испытуемого образца

Рисунок А1.1 — Автоматический счетчик частиц

А1.1.1 Принцип работы

АРС работает по принципу затенения света и применяется для определения количества и размеров частиц в диапазоне от 4 мкм (c) до более 14 мкм (c).

А1.1.2 Совокупные результаты представляют как минимум для диапазонов размеров частиц ≥ 4 мкм (c), ≥ 6 мкм (c) и ≥ 14 мкм (c) и включают соответствующие коды по ISO 4406. Все результаты представляют на 1 $см^3$. Могут быть представлены совокупные результаты для других диапазонов до ≥ 100 мкм, но прецизионность для этих диапазонов не установлена.

А1.1.3 Для аппарата АРС установлен предел погрешности совпадения для 60 000 частиц/$см^3$ (см. 3.1.6 настоящего стандарта), измеренный в соответствии с ISO 11171. Возможен подсчет до 100 000 частиц, но для количества частиц более 60 000 точность и прецизионность подсчета могут быть ниже.

А1.1.4 Калибровку аппарата выполняют в соответствии с ISO 11171 (см. 11.2 настоящего стандарта).

А1.1.5 Чтобы убедиться в совместимости уплотнений и трубок с испытуемым образцом, следует обратиться к спецификации изготовителя АРС. Например, известно, что образцы метиловых эфиров жирных кислот (FAME) не совместимы с некоторыми типами резины и другими материалами.

А1.1.6 Результаты (на 1 $см^3$) должны регистрировать электронными средствами и/или распечатывать (см. 6.5 настоящего стандарта).

А1.2 Автоматически переключающийся клапан

Для обеспечения непрерывного потока образца через оптическую измерительную ячейку от впуска до выпуска вместе с двухплунжерным насосом используют автоматически переключающийся клапан.

А1.3 Двухплунжерный насос

Двухплунжерный насос с постоянной подачей (номинально 10 $см^3$ на каждый ход) и приводом от электродвигателя с постоянной частотой вращения с микропроцессорным управлением для обеспечения постоянного объема потока через измерительную ячейку при постоянной номинальной скорости потока 30 $см^3$/мин.

А1.4 Лазер

Лазерный диодный источник оптического излучения мощностью 5 мВт с длиной волны (670 ± 5) нм.

А1.5 Трубка подачи испытуемого образца в сборе

А1.5.1 Гибкая прозрачная трубка для соединения с впускным штуцером.

А1.5.2 Адаптер с регулируемой длиной, позволяющий использовать для испытаний контейнеры разных размеров.

А1.5.3 Крышка для контейнера с пробой для предотвращения попадания пыли.

А1.6 Программное обеспечение для калибровки

Встроенное автоматическое программное обеспечение с функцией самоконтроля, позволяющее проводить калибровку на месте одновременно с проверкой и жидкостями для калибровки (см. 7.1 настоящего стандарта), а также инструкциями изготовителя.

А1.7 Проверки перед измерением

Автоматически должны выполняться следующие проверки.

А1.7.1 Режим работы и интенсивность источника лазерного излучения.

А1.7.2 Готовность датчика.

А1.7.3 Напряжение источника электропитания.

Приложение Х1
(справочное)

Представление прецизионности в виде таблиц и графиков

Примечание Х1.1 — В таблицах Х1.1—Х1.3 приведены диапазоны количества частиц в 1 см^3, соответствующие им коды ISO и прецизионность (повторяемость r и воспроизводимость R) в зависимости от количества частиц, соответствующих номеру каждого кода ISO.

Примечание Х1.2 — Код ISO 18/16/13 означает, что в образце присутствует от 1301 до 2000 частиц с размером ≥ 4 мкм (с) (см. таблицу Х1.1), от 321 до 640 частиц размером ≥ 6 мкм (с) (см. таблицу Х1.2) и от 41 до 80 частиц размером ≥ 14 мкм (с) (см. таблицу Х1.3).

Таблица Х1.1 — Прецизионность подсчета количества частиц размером ≥ 4 мкм (с)

Количество частиц размером ≥ 4 мкм (с) в 1 см^3	Код ISO	Повторяемость r	Воспроизводимость R
321—640	16	82—148	115—207
641—1300	17	148—270	208—379
1301—2500	18	270—471	379—660
2501—5000	19	471—849	661—1190
5001—10 000	20	850—1531	1191—2146
10 001—20 000	21	1531—2760	2146—3868
20 001—40 000	22	2760—4974	3868—6971
40 001—80 000	23	4974—8966	6971—12 566

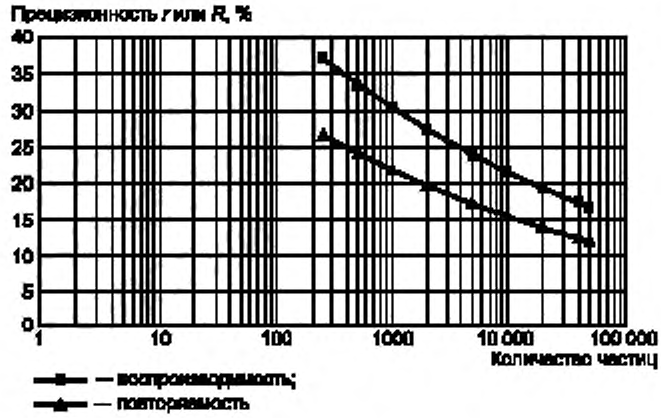


Рисунок Х1.1 — Графическое представление прецизионности для частиц размером ≥ 4 мкм (с), %

Таблица Х1.2 — Прецизионность подсчета количества частиц размером ≥ 6 мкм (с)

Количество частиц размером ≥ 6 мкм (с) в 1 см^3	Код ISO	Повторяемость r	Воспроизводимость R
81—160	14	26—46	36—64
161—320	15	46—82	64—115
321—640	16	82—148	115—207
641—1300	17	148—270	208—379
1301—2500	18	270—471	379—660
2501—5000	19	471—849	661—1190
5001—10 000	20	850—1531	1191—2146
10 001—20 000	21	1531—2760	2146—3868

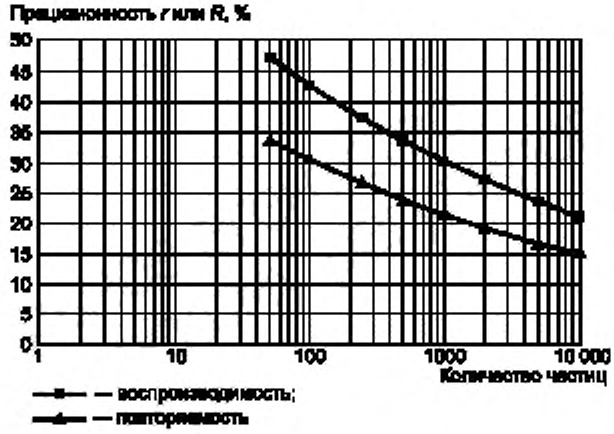


Рисунок X1.2 — Графическое представление прецизионности для частиц размером ≥ 6 мкм (с), %

Таблица X1.3 — Прецизионность подсчета количества частиц размером ≥ 14 мкм (с)

Количество частиц размером ≥ 14 мкм (с) в 1 см^3	Код ISO	Повторяемость r	Воспроизводимость R
2,6—5	9	2—2	2—3
6—10	10	3—4	4—6
11—20	11	4—7	6—12
21—40	12	7—12	12—23
41—80	13	12—20	24—47
81—160	14	20—33	47—94
161—320	15	33—56	94—187
321—640	16	56—94	188—374
641—1300	17	94—160	375—760
1301—2500	18	160—262	761—1462
2501—5000	19	262—440	1462—2923

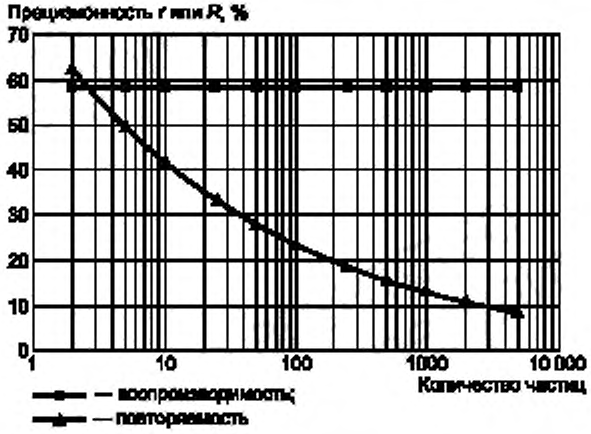


Рисунок X1.3 — Графическое представление прецизионности для частиц размером ≥ 14 мкм (с), %

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 396	—	*
ASTM D 975	—	*
ASTM D 1655	—	*
ASTM D 2880	—	*
ASTM D 3699	—	*
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4177	—	*
ASTM D 4814	—	*
ASTM D 5854	—	*
ASTM D 6300	—	*
ASTM D 6751	—	*
ASTM D 7467	MOD	ГОСТ 33131—2014 «Смеси биодизельного топлива (В6—В20). Технические требования»
ISO 11171	—	*
ISO 4406	NEQ	ГОСТ 17216—2001 «Чистота промышленная. Классы чистоты жидкостей»
ISO 12103-A1	—	*
ISO 12103-A3	—	*
ISO 12104-A1	—	*
MIL-DTL-83133	—	*
MIL-DTL-16884Ю	—	*

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

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- NEQ — неэквивалентные стандарты;
- MOD — модифицированный стандарт.

УДК 665.642.5-404:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: легкие и средние дистиллятные топлива, определение размеров и количества частиц диспергированных примесей, автоматический счетчик частиц

Редактор *О.В. Рябиничева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Ю. Каболова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 20.08.2019. Подписано в печать 27.08.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 2,28.

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 stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru