ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ 33197-2014

ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ

Определение температуры кристаллизации автоматическим методом фазового перехода

ПАЛІВЫ АВІЯЦЫЙНЫЯ

Вызначэнне тэмпературы крышталізацыі аўтаматычным метадам фазавага пераходу

(ASTM D5972-05(2010), IDT)

Издание официальное



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной 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 научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол 73-П от 22 декабря 2014 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D5972-05(2010) Standard Test Method for Freezing Point of Aviation Fuels (Automatic Phase Transition Method) (Стандартный метод определения температуры кристаллизации авиационных топлив (автоматический метод фазового перехода)).

Стандарт ASTM разработан Комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.07 по свойствам текучести.

Официальные экземпляры стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандарта, на который дана ссылка, имеются в Национальном фонде ТНПА.

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

Перевод с английского языка (en).

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на стандарты ASTM актуализированы.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 25 мая 2015 г. № 29 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 марта 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Госстандарт, 2016

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ
Определение температуры кристаллизации автоматическим методом фазового перехода

ПАЛІВЫ АВІЯЦЫЙНЫЯ
Вызначэнне тэмпературы крышталізацыі аўтаматычным метадам фазавага пераходу

Aviation Fuels
Determination for freezing point by automatic phase transition method

Дата введения — 2016-03-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры, ниже которой в авиационном топливе для турбореактивных двигателей могут образоваться кристаллы углеводородов.

1.2 Данный метод разработан для определения температуры кристаллизации в диапазоне значений от минус 80 °С до плюс 20 °С; однако при выполнении в 2003 г. Американским обществом по испытаниям и материалам (ASTM) совместно с Институтом энергии (IP) (Великобритания) программы межлабораторных испытаний (см. 12.4) использовались только топлива, имеющие температуру кристаллизации в диапазоне значений от минус 60 °С до минус 42 °С.

1.3 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными.

1.4 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением, если они существуют. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение техники безопасности, охрану здоровья человека и определение границ применимости стандарта до начала его применения. Специальные предупреждения приведены в 7.1, 7.3 и 7.5.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарт ASTM [1)]

ASTM D2386-06(2012) Test Method for Freezing Point of Aviation Fuels (Метод определения температуры кристаллизации авиационных топлив)

3 Термины

3.1 Определения

3.1.1 **температура кристаллизации авиационного топлива** (freezing point): Температура топлива, при которой образовавшиеся в результате охлаждения кристаллы углеводородов исчезают при повышении температуры топлива в заданных условиях испытания.

3.2 Определения терминов, применяемых только в настоящем стандарте

3.2.1 **автоматический метод фазового перехода** (automatic phase transition method): Процедура автоматического охлаждения пробы авиационного топлива до появления кристаллов углеводородов, последующего нагревания в контролируемых условиях и регистрации температуры, при которой кристаллы углеводородов снова полностью переходят в жидкую фазу.

[1)] Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM: gost.e-ecolog.ru лучить в службе работы с потребителями по адресу: gost.e-ecolog.ru формацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

3.2.2 **устройство Пельтье** (Peltier device): Твердотельное термоэлектрическое устройство, изготовленное из неоднородных полупроводниковых материалов, имеющее такую конструкцию, что в зависимости от направления электрического тока, создаваемого в устройстве, передача тепла происходит к испытуемой пробе или от нее.

4 Сущность метода

4.1 Пробу охлаждают со скоростью (15 ± 5) °С/мин в устройстве Пельтье при постоянном освещении источником света. Пробу непрерывно проверяют системой оптических детекторов на появление первых кристаллов углеводородов. После появления первых кристаллов углеводородов выполняют нагревание пробы со скоростью (10 ± 0,5) °С/мин до перехода последних кристаллов углеводородов в жидкую фазу. Достаточным является такое количество детекторов, при котором обеспечивается регистрация всех кристаллов углеводородов. Температуру пробы, при которой последние кристаллы углеводородов переходят в жидкую фазу, записывают как температуру кристаллизации.

5 Значение и применение метода

5.1 Температура кристаллизации авиационного топлива – это наименьшая температура, при которой в топливе отсутствуют кристаллы углеводородов. Указанные кристаллы могут препятствовать прохождению топлива через фильтры в топливной системе самолета. Температура топлива в баке самолета обычно понижается во время полета и зависит от скорости самолета, высоты и продолжительности полета. Температура кристаллизации топлива должна быть всегда ниже минимальной рабочей температуры топлива.

5.2 Операции смешения нефтепродуктов требуют точного измерения температуры кристаллизации.

5.3 Результаты определения, полученные при применении метода настоящего стандарта, эквивалентны результатам определения по методу ASTM D2386, выражаются с точностью до 0,1 °С; метод настоящего стандарта также обладает улучшенной прецизионностью относительно метода по ASTM D2386. Использование данного метода позволяет по сравнению с методом по ASTM D2386 значительно сократить время, затрачиваемое оператором на проведение определения и обработку результатов.

5.4 Если техническими требованиями, предъявляемыми к топливу, предусмотрено использование метода испытания по ASTM D2386, то метод настоящего стандарта или любой другой применяться не может.

6 Аппаратура

6.1 Автоматический прибор [2)]

Данный прибор состоит из контролируемой микропроцессором испытательной камеры, обеспечивающей охлаждение, нагревание, оптический контроль появления и исчезновения кристаллов углеводородов и регистрацию температуры пробы. Подробное описание прибора приведено в приложении А1.

6.2 Прибор должен быть оснащен чашкой для пробы, системой оптических детекторов, источником света, цифровым дисплеем, устройством Пельтье и устройством измерения температуры пробы.

6.3 Устройство измерения температуры в чашке для пробы должно обеспечивать измерение температуры испытуемой пробы в диапазоне значений от минус 80 °С до 20 °С с дискретностью отсчета 0,1 °С и точностью до 0,1 °С.

6.4 Прибор должен быть оснащен оборудованием, обеспечивающим циркуляцию жидкой среды для отвода тепла, выделяемого устройством Пельтье и другими электронными элементами прибора.

6.5 Прибор должен быть оснащен оборудованием, обеспечивающим циркуляцию газа для продувки испытательной камеры, в которой находится чашка с пробой любой влажности.

[2)] Единственным поставщиком анализаторов для определения температуры кристаллизации модельных серий 70, 70V и 70X, известным в настоящее время комитету ASTM, является компания Phase Technology, № 135-11960 Hammersmith Way, Richmond, B.C. Canada, V7A 5C9. Если известны другие поставщики, можно предоставить данную информацию в штаб-квартиру ASTM. Эта информация будет внимательно рассмотрена на заседании ответственного технического комитета, на котором можно присутствовать.

7 Реактивы и материалы

7.1 n-Октан. Использование реактива квалификации ч. д. а. является приемлемым. (**Предупреждение —** Воспламеняющаяся жидкость. Вдыхание паров вредно. Хранят вдали от источников тепла, искр и открытого огня.)

7.2 Охлаждающая среда – жидкая среда для отвода тепла, выделяемого устройством Пельтье и другими электронными элементами прибора.

Примечание 1 — Конструкция некоторых приборов предусматривает использование водопроводной воды в качестве охлаждающей среды для доведения температуры пробы до минус 60 °С. Для охлаждения пробы до минус 80 °С обеспечивают циркуляцию охлаждающей среды прибора при температуре минус 30 °С или ниже. Поскольку вода замерзает при 0 °С, в качестве охлаждающей среды приемлемым является использование технического изопропанола. Информация о зависимости минимальной температуры пробы от температуры охлаждающей среды приведена в инструкции изготовителя прибора.

7.3 Продувочный газ, например воздух, азот, гелий или аргон, точка росы которого ниже минимальной температуры, достигаемой пробой в условиях испытания. (**Предупреждение —** Сжатый газ находится под высоким давлением.) (**Предупреждение —** Вдыхание инертного газа может вызывать удушье).

7.4 Пипетки, обеспечивающие дозирование пробы объемом (0,15 ± 0,01) мл.

7.5 Ватные тампоны на пластмассовой или картонной палочке для мытья чашки для пробы. (**Предупреждение —** Использование тампонов на деревянной палочке может привести к повреждению зеркальной поверхности чашки для пробы).

8 Подготовка аппаратуры

8.1 Подготавливают анализатор для работы в соответствии с инструкциями изготовителя.

8.2 Включают подачу жидкой охлаждающей среды и удостоверяются в том, что ее температура является приемлемой для испытуемой пробы, согласно инструкциям изготовителя (примечание 1).

8.3 Включают подачу продувочного газа и удостоверяются в том, что его давление отрегулировано до необходимого значения, согласно инструкциям изготовителя.

8.4 Включают основной переключатель электропитания анализатора.

Примечание 2 — Некоторые приборы оборудованы генератором потока сухого продувочного газа, в связи с чем подачи сжатого газа извне не требуется.

9 Калибровка и стандартизация

9.1 Проверяют соблюдение всех инструкций изготовителя относительно калибровки, проверки и функционирования прибора.

9.2 Для проверки функционирования прибора может использоваться проба авиационного топлива для турбореактивных двигателей, для которой были получены исчерпывающие данные по температуре кристаллизации, определяемой по методу ASTM D2386. Пробы топлив, аналогичные тем, которые использовались при выполнении программы межлабораторных сличительных испытаний, также соответствуют указанному критерию. Соответствующие материалы для проверки могут быть также подготовлены при проведении перекрестных проверок между компаниями. Допускается для проверки калибровки устройств измерения температуры в приборе использовать n-октан или n-нонан высокой степени чистоты с известной температурой кристаллизации.

10 Проведение испытания

10.1 Открывают крышку испытательной камеры и ватным тампоном очищают чашку для пробы, находящуюся внутри испытательной камеры.

10.2 Промывают чашку для пробы, помещая в нее (0,15 ± 0,01) мл пробы топлива. Очищают чашку от пробы, используя ватный тампон. Чашку очищают до удаления видимых капель пробы.

10.3 Промывают чашку еще раз, повторяя действия по 10.2.

10.4 Аккуратно отмеряют (0,15 ± 0,01) мл пробы в чашку.

10.5 Плотно закрывают крышку испытательной камеры.

10.6 Включают прибор в соответствии с инструкцией изготовителя. С этого момента и до окончания измерения прибор выполняет все операции автоматически. Продувочный газ и жидкая охлаждающая среда начинают циркулировать по прибору. Устройство Пельтье охлаждает пробу со скоростью (15 ± 5) °С/мин. Оптические детекторы постоянно контролируют образование кристаллов углеводоро-

дов в пробе. Температура пробы постоянно контролируется прибором и отображается на дисплее его передней панели. После обнаружения кристаллов углеводородов проба нагревается со скоростью (10 ± 0,5) °С/мин до тех пор, пока все кристаллы не перейдут в жидкую фазу. При исчезновении последних кристаллов регистрируется температура пробы и измерение прекращается.

10.7 Значение температуры кристаллизации выводится на дисплей прибора.

10.8 Открывают крышку испытательной камеры, очищают чашку от топлива при помощи ватного тампона.

11 Протокол испытания

11.1 Температуру, зарегистрированную по 10.7, записывают в протокол испытания как температуру кристаллизации со ссылкой на настоящий стандарт.

12 Прецизионность и смещение метода

12.1 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение 0,54 °С.

12.1.1 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях с идентичным испытуемым продуктом в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода только в одном случае из двадцати может превысить значение 0,80 °С.

12.2 Смещение

Смещение настоящего метода испытания не может быть установлено из-за отсутствия жидких смесей углеводородов с известной температурой кристаллизации, моделирующих авиационные топлива.

12.3 Относительное смещение

Результаты испытаний всех проб, полученные при выполнении программы межлабораторных исследований [3], были проанализированы относительно результатов, полученных по методу ASTM D2386. В результате выполнения в 2003 г. совместной программы межлабораторных испытаний ASTM/IP [4] было показано, что лабораторное смещение отсутствует.

12.4 Показатели прецизионности установлены в результате выполнения совместной программы межлабораторных испытаний ASTM/IP в 2003 г. Участники данной программы проанализировали 13 групп проб различных авиационных топлив с температурой кристаллизации в пределах диапазона от минус 42 °С до минус 60 °С. В программу испытаний в 2003 г. не были включены образцы топлив JP4 и Jet B. Двенадцать участвовавших лабораторий проводили испытание, используя прибор для автоматического определения методом фазового перехода, пятнадцать лабораторий – ручные методы испытания по ASTM D2386. Показатели прецизионности были рассчитаны после сбора статистических данных с учетом дискретности отсчета 0,1 °С, обеспечиваемой автоматическим методом фазового перехода. Испытания проводили с использованием приборов модельных серий 70, 70V и 70X. Информация о типах проб и средних значениях их температур кристаллизации содержится в исследовательском отчете [4].

Примечание 3 — При проведении межлабораторных испытаний в 1994 г. использовали приборы модельных серий 30, 50 и 70. Расхождения между полученными результатами для всех топлив, за исключением двух проб, находились в пределах воспроизводимости метода по ASTM D2386 (2,5 °С). Указанными пробами являлись пробы топлив JP4 и Jet B, среднее значение результатов испытания которых было на 2,5 °С и 2,8 °С выше соответствующих результатов испытания по методу ASTM D2386. Учитывая результаты межлабораторных испытаний, проведенных в 1994 г., для проб топлив Jet B и JP4, возможно смещение относительно ручного метода.

---

[3] Подтверждающие материалы (результаты программы совместных межлабораторных испытаний 1994 г.) хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1385.

[4] Подтверждающие материалы (результаты программы совместных межлабораторных испытаний 2003 г.) хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1572.

Приложения А1
(обязательные)

Подробное описание прибора

А1.1 Испытательная камера, состоящая из оптических детекторов, линз, источника света, чашки для пробы, датчика температуры, устройства Пельтье и радиатора-теплосъемника, приведена на рисунке А1.1. Крышка испытательной камеры открывается для того, чтобы можно было очистить чашку для пробы и поместить новую пробу топлива. Если крышка плотно закрыта, камера становится герметичной. Кольцевое уплотнение используют для уплотнения поверхностей между крышкой и остальной камерой. Воздух, оставшийся в закрытой камере, выдувается осушенным газом. Входное и выходное отверстия для осушенного газа показаны на рисунке А1.1. Стенки испытательной камеры изготовлены из металла, окрашенного в черный цвет, и пластмассовых деталей для уменьшения светового отражения.

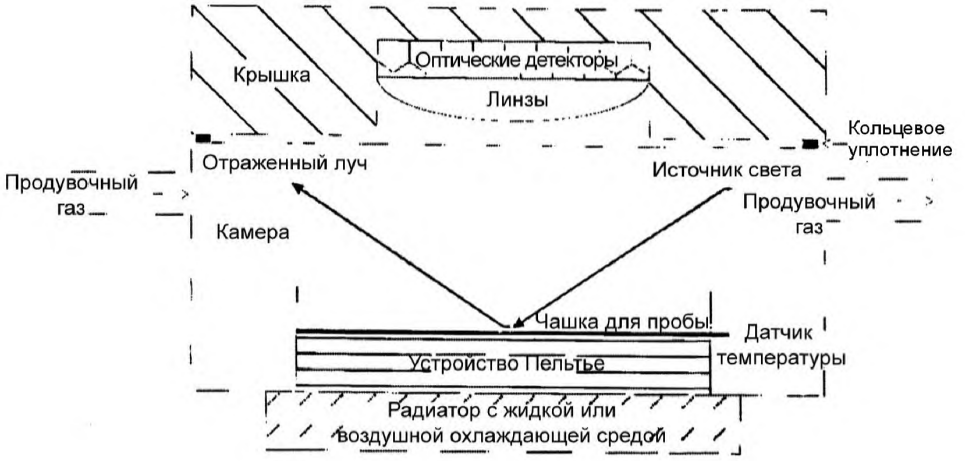

Рисунок А1.1 — Схематическое изображение испытательной камеры

А1.1.1 Чашка для пробы, имеющая стенки из пластмассы черного цвета и отполированное до зеркального блеска металлическое дно. Отполированная поверхность дна является отражающей поверхностью для света. Передача тепла к пробе и от нее через металлическое дно регулируется устройством Пельтье.

А1.1.2 Датчик температуры с дискретностью отсчета 0,1 °С, измеряющий температуру с точностью до 0,1 °С, встроен в дно чашки для пробы и расположен менее чем на 0,1 мм ниже верхней поверхности дна чашки. Датчик температуры, изготовленный из одной платиновой нити, обеспечивает точное измерение температуры пробы.

А1.1.3 Устройство Пельтье, способное регулировать температуру пробы в широком диапазоне значений. Диапазон температур зависит от модельной серии. При охлаждении пробы тепло передается от верхней части устройства к нижней. Так как верхняя часть устройства находится в контакте с дном чашки, проба будет охлаждаться. Нижняя часть устройства Пельтье находится в контакте с радиатором-теплосъемником, в котором тепло передается охлаждающей среде. При нагревании пробы имеет место обратный процесс.

А1.1.4 Источник света обеспечивает луч света с длиной волны (660 ± 10) нм. Источник света располагают так, чтобы он испускал луч (рисунок А1.1), падающий на пробу под острым углом. Свет отражается от полированного дна чашки для пробы. Если топливо является однородной жидкостью, то отраженный луч падает на крышку камеры черного цвета. Отраженный луч затем поглощается поверхностью черного цвета. Если в пробе топлива появляются кристаллы парафина, отраженный луч рассеивается на границе фаз твердое тело — жидкость. Основное количество рассеянного света падает на линзы (рисунок А1.2).

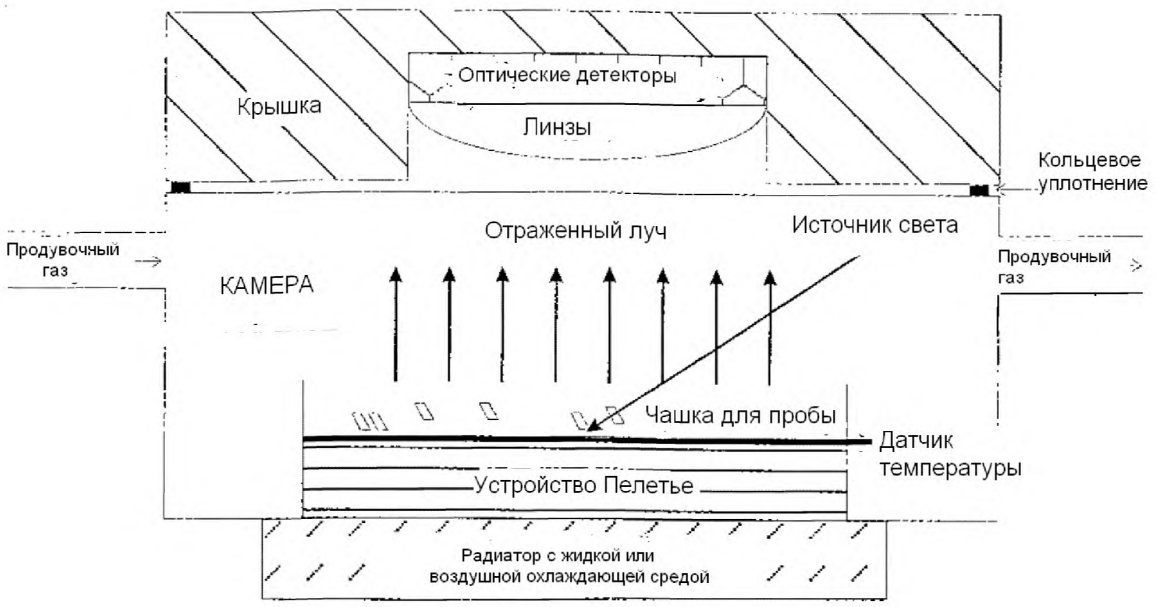

Рисунок А1.2 — Обнаружение образования кристаллов

А1.1.5 Оптические детекторы, расположенные выше линз для контроля прозрачности пробы. Расстояние между оптическими детекторами и линзами регулируется таким образом, чтобы отражение пробы проецировалось на светочувствительную поверхность оптических детекторов. Чтобы охватить всю площадь отражения, необходимо достаточное количество оптических детекторов.

А1.2 Внешний интерфейс прибора. Схема расположения отдельных элементов может быть различной, но рекомендуется применять дисплеи и кнопки управления, приведенные ниже. Типовой прибор приведен на рисунке А1.3.

А1.2.1 Дисплей вывода сообщений отображает информацию о состоянии прибора. Если установка находится в нерабочем состоянии и причина не установлена, на дисплей должно быть выведено соответствующее сообщение. В конце испытания на дисплее отображается его результат. При выявлении причины нарушения работы основных элементов прибора на дисплей выводится диагностическое сообщение. Подробное описание диагностических сообщений приведено в инструкции изготовителя по эксплуатации прибора.

А1.2.2 На дисплее вывода значений температуры пробы отображается текущая температура пробы во время измерения.

А1.2.3 Дисплей вывода значений светового сигнала показывает текущий уровень рассеянного света, улавливаемого оптическими детекторами. Данная информация может использоваться персоналом сервисных служб для устранения неисправностей.

А1.2.4 Кнопки «Меню» (MENU) позволяют оператору изменять значения температуры в градусах Цельсия на значения в градусах Фаренгейта; значения температуры в градусах Цельсия являются стандартными.

А1.2.5 Кнопка «ПУСК» (RUN) позволяет оператору запустить выполнение процедуры измерения в заданной последовательности сразу же после помещения пробы в испытательную камеру.

А1.2.6 Кнопка «СБРОС» (RESET) позволяет оператору остановить измерение. После нажатия этой кнопки измерение немедленно прекращается и проба нагревается до температуры окружающей среды.

Примечание А1.1 — Полное описание прибора и указания по его настройке и обслуживанию содержатся в инструкции изготовителя по эксплуатации прибора, которой сопровождается каждый прибор. Данная информация также включена в исследовательский отчет [5)].

[5)] Подтверждающие материалы собраны в штаб-квартирах ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1398.



Рисунок А1.3 — Внешний интерфейс прибора

УДК 665.733.3.035.9(083.74)(476) МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: топлива авиационные, метод определения, температура кристаллизации, автоматический метод фазового перехода

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 26.02.2016. Подписано в печать 29.02.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,40 Уч.-изд. л. 0,69 Тираж 2 экз. Заказ 911

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru