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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33755— 2016

ТОПЛИВО ДИЗЕЛЬНОЕ И МАЗУТ ТОПОЧНЫЙ

Определение предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2016 г. № 1066-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33755—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6371—05 (2010) «Определение предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре дизельного и котельного топлив» («Standard test method for cold filter plugging point of diesel and heating fuels», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом D02.07 «Реологические свойства» совместного технического комитета ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта 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

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Назначение и применение 3
6 Аппаратура 3
7 Реактивы и материалы 11
8 Отбор проб 11
9 Подготовка испытуемых проб 11
10 Подготовка аппаратуры 11
11 Калибровка и стандартизация 11
12 Проведение испытаний 12
13 Протокол испытаний 14
14 Прецизионность и смещение 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам 16

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО ДИЗЕЛЬНОЕ И МАЗУТ ТОПОЧНЫЙ

Определение предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре

Diesel and domestic heating fuels. Determination of cold filter plugging point

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре (CFPP) дизельных топлив и топлив, применяемых в стационарных и передвижных тепловых установках, с использованием ручного или автоматического аппарата.

Примечание 1 — Настоящий метод испытания в техническом отношении эквивалентен методам испытаний по IP 309 и EN 116.

1.2 Для арбитражных целей можно применять как ручной, так и автоматический аппарат.

1.3 Настоящий стандарт можно применять для испытания дистиллятных топлив, предназначенных для использования в дизельных двигателях и бытовых тепловых установках, включая топлива, содержащие присадки, улучшающие реологические свойства, или другие присадки.

1.4 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. Другие единицы измерения в настоящем стандарте не используют.

1.5 **Предупреждение** — Ртуть объявлена EPA (Управлением по охране окружающей среды) и другими агентствами веществом, поражающим центральную нервную систему, почки и печень. Ртуть или ее пары опасны для здоровья и вызывают коррозию материалов. Необходимо соблюдать меры предосторожности при хранении ртути и ртутьсодержащих изделий. Дополнительную подробную информацию можно получить в Спецификации допустимых безопасных материалов (MSDS), а также на сайте EPA (gost.e-ecolog.ru). Потребители должны знать, что продажа ртути и/или ртутьсодержащих материалов может быть запрещена законодательством.

1.6 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. Специальные меры предосторожности приведены в разделе 7.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 2500, Test method for cloud point of petroleum products (Метод определения температуры помутнения нефтепродуктов)

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

Издание официальное

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 5771, Test method for cloud point of petroleum products (optical detection stepped cooling method) [Метод определения температуры помутнения нефтепродуктов (метод оптического детектирования при ступенчатом охлаждении)]

ASTM D 5772, Test method for cloud point of petroleum products (linear cooling rate method) [Метод определения температуры помутнения нефтепродуктов (метод с линейной скоростью охлаждения)]

ASTM D 5773, Test method for cloud point of petroleum products (constant cooling rate method) [Определение температуры помутнения нефтепродуктов (Метод с постоянной скоростью охлаждения)]

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

2.2 Стандарты IP[2)]

IP 309, Diesel and domestic heating fuels — Determination of cold filter plugging point (Дизельные топлива и топочный мазут. Определение предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре)

Specifications for IP standard thermometers (Спецификация на стандартные термометры IP)

2.3 Стандарты ISO[3)]

ISO 3310-1, Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Metal cloth (Лабораторные сита. Технические требования и испытания. Часть 1. Сита из проволочной ткани)

2.4 Европейские стандарты[4)]

EN 116, Diesel and domestic heating fuels — Determination of cold filter plugging point (Дизельные топлива и топочный мазут. Определение предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **аттестованный стандартный образец** (certified reference material): Стабильный нефтепродукт с определенным номинальным значением CFPP, установленным на основании результатов межлабораторных исследований в соответствии с рекомендациями отчета RR:D02-1007[5)] или руководств ISO 34 и ISO 35.

3.2 **предельная температура фильтруемости на холодном фильтре** [cold filter plugging point (CFPP)]: Значение самой высокой температуры, выражаемое в числах, кратных 1 °С, при которой установленный объем топлива перестает протекать через стандартизированное фильтрующее устройство в течение заданного времени при охлаждении в условиях, установленных в настоящем методе испытания.

4 Сущность метода

4.1 Пробу испытуемого топлива охлаждают в заданных условиях с интервалами 1 °С и втягивают в пипетку под регулируемым вакуумом через стандартизированный проволочный сетчатый фильтр. Продолжая охлаждать топливо, повторяют процедуру каждый раз после снижения температуры на 1 °С. Испытание продолжают до тех пор, пока кристаллы парафина, выделившиеся из раствора и остающиеся на фильтре в процессе фильтрования, не прекратят или не замедлят протекание пробы топлива до такой степени, чтобы время заполнения пипетки до метки превысило 60 с или топливо перестанет полностью стекать обратно в испытательный сосуд перед последующим охлаждением на 1 °С.

4.2 Установленную температуру, при которой началась последняя фильтрация, регистрируют как предельную температуру фильтруемости CFPP.

[2)] Можно получить в Energy Institute, 61 New Cavendish St., London, WIG 7AR, U.K., gost.e-ecolog.ru

[3)] Можно получить в American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, gost.e-ecolog.ru

[4)] Можно получить в European Committee for Standardization (CEN), 36 rue de Stassart, B-1050, Brussels, Belgium, gost.e-ecolog.ru

[5)] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе отчета RR:D02-1452.

5 Назначение и применение

5.1 CFPP можно использовать для оценки значения самой низкой температуры топлива, при которой в определенных топливных системах будет обеспечиваться бесперебойная подача топлива.

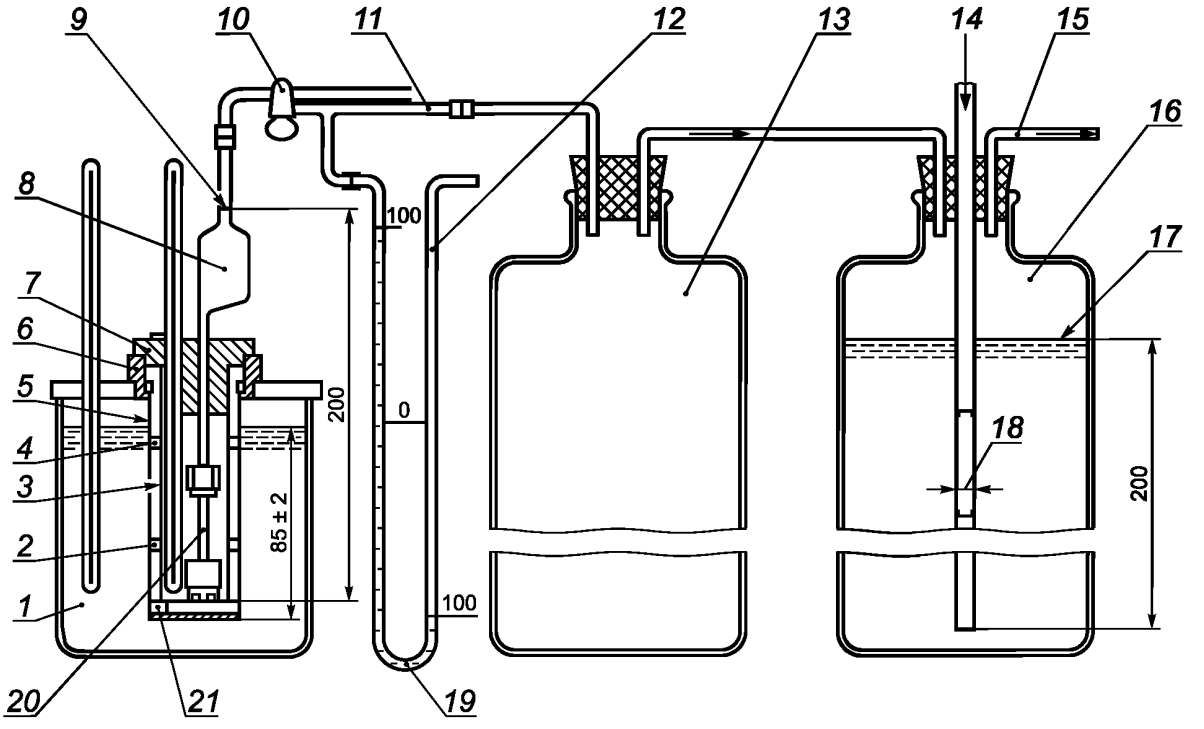
5.2 Для дизельного топлива, используемого в европейских грузовых автомобилях малой грузоподъемности, результаты обычно близки к температуре отказа в работе, за исключением случаев, когда в топливной системе установлен, например, бумажный фильтр в зоне, подвергающейся воздействию погодных условий, или предельная температура фильтруемости более чем на 12 °С ниже температуры помутнения по ASTM D 2500, ASTM D 5771, ASTM D 5772 или ASTM D 5773. Бытовые отопительные установки обычно менее критичны и часто удовлетворительно работают при температурах несколько ниже полученных в результате испытаний.

5.3 Разность результатов, полученных для пробы до обработки и после термической обработки при 45 °С в течение 30 мин, можно использовать при рассмотрении рекламаций на неудовлетворительные рабочие характеристики в условиях низких температур.

6 Аппаратура

6.1 Ручной аппарат

6.1.1 Компоновка аппарата, подробно описанного в 6.1.2—6.1.13, приведена на рисунке 1.



1 — охлаждающая баня; *2, 4* — кольцевые прокладки круглого сечения; *3* — испытательный сосуд; *5* — кожух; *6* — стопорное кольцо; *7* — пробка; *8* — пипетка; *9* — метка (20 см^3); *10* — запорный кран с двумя наклонными каналами; *11* — внутренний диаметр $3{,}0^{+1}_{0}$; *12* — U-образный манометр; *13* — дополнительный вакуумный резервуар вместимостью 5 дм^3; *14* — выпуск воздуха; *15* — к источнику вакуума; *16* — вакуумный резервуар; *17* — уровень воды; *18* — внутренний диаметр 10^{+1}_{0}; *19* — вода; *20* — фильтр; *21* — изолирующее кольцо

Рисунок 1 — Схема ручного аппарата для определения CFPP

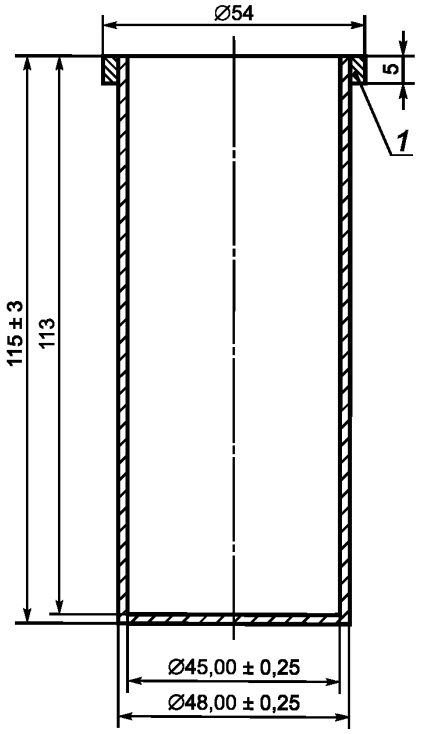
6.1.2 Цилиндрический плоскодонный испытательный сосуд из прозрачного стекла внутренним диаметром (31,5 ± 0,5) мм с толщиной стенки (1,25 ± 0,25) мм и высотой (120 ± 5) мм. Сосуд должен иметь постоянную метку на уровне (45 ± 1) см^3.

Примечание 2 — Испытательные сосуды требуемых размеров можно выбрать по ASTM D 2500, устанавливающему более широкие допуски по диаметру.

6.1.3 В качестве воздушной бани можно использовать латунный, водонепроницаемый, цилиндрический, плоскодонный кожух внутренним диаметром (45,00 ± 0,25) мм, наружным диаметром (48,00 ± 0,25) мм и высотой (115 ± 3) мм (см. рисунок 2).

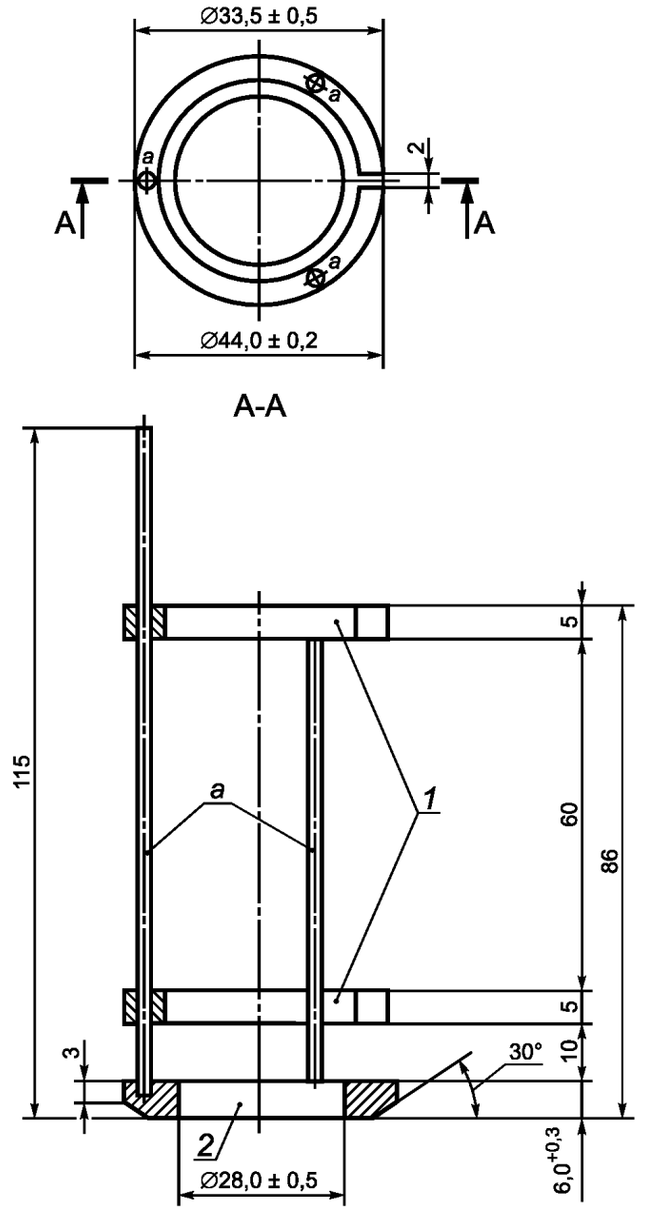
6.1.4 Изолирующее кольцо из маслостойкого пластика или другого пригодного материала, размещаемое на дне кожуха (6.1.3) для изолирования дна испытательного сосуда. Оно должно иметь плотную посадку внутри кожуха и толщину $6{,}0^{+0{,}3}_{0}$ мм.

6.1.5 Две кольцевые прокладки круглого сечения толщиной примерно 5 мм, изготовленные из маслостойкого пластика или другого подходящего материала, размещают (см. рисунок 1) по наружному диаметру испытательного сосуда (6.1.2) для обеспечения изоляции его стенок от стенок кожуха. Прокладки должны иметь плотную посадку на испытательном сосуде и в кожухе. Для испытательных сосудов с увеличенными допусками по диаметру можно использовать разрезные кольцевые прокладки с зазором 2 мм. Прокладки и изолирующее кольцо могут быть изготовлены в виде одной детали, как показано на рисунке 3.



1 — серебряный припой

Рисунок 2 — Водонепроницаемый латунный кожух



a — проволока из нержавеющей стали

1 — прокладки; *2* — изолирующее кольцо

Рисунок 3 — Прокладки

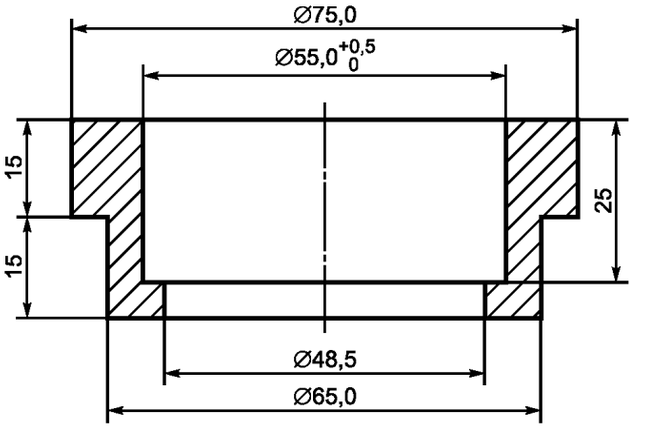
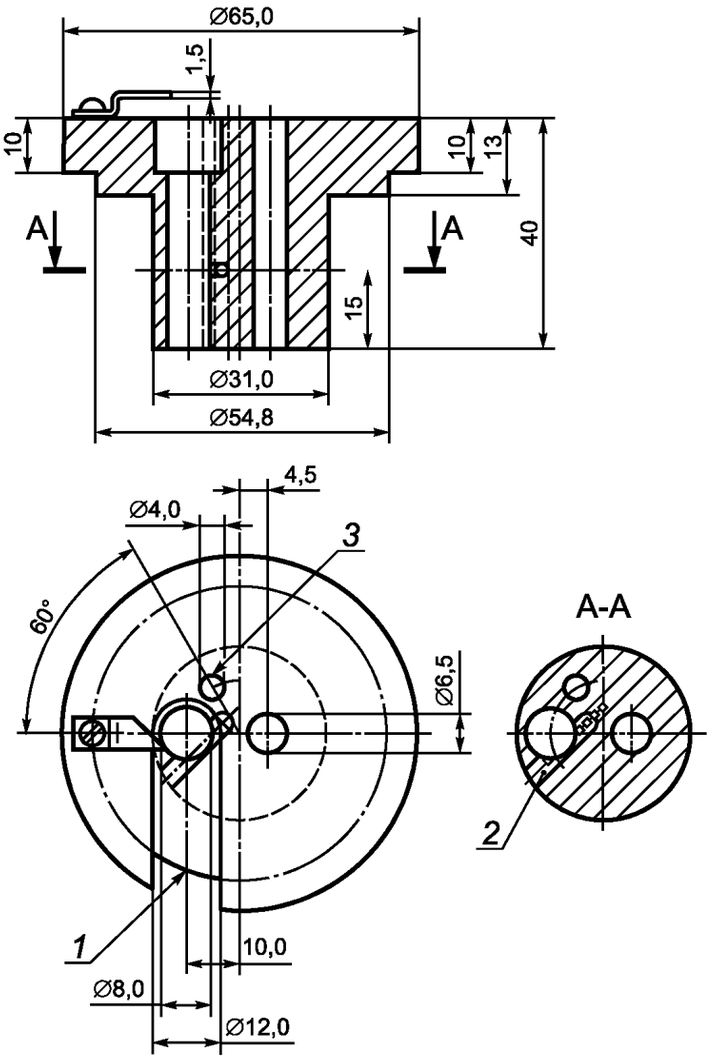
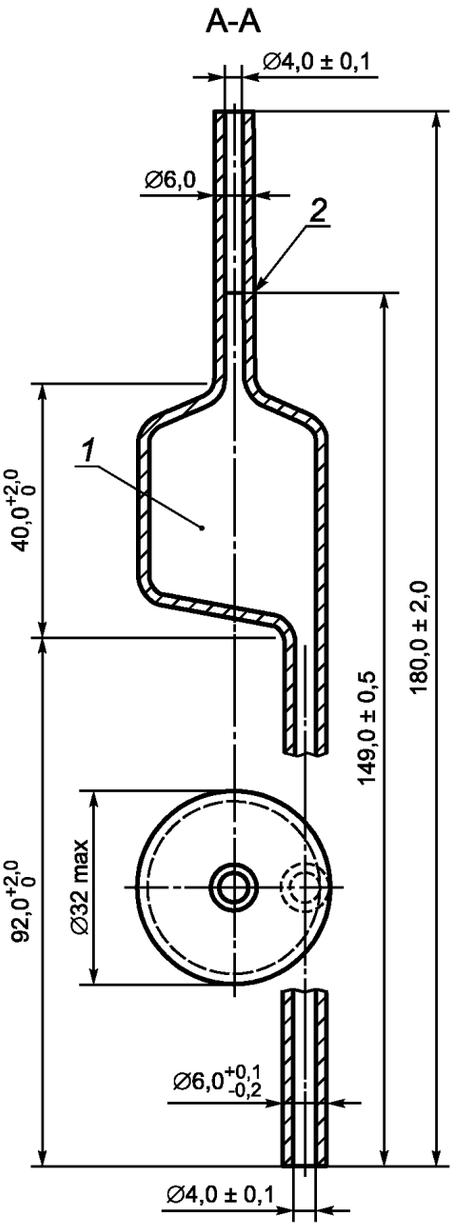


Рисунок 4 — Стопорное кольцо



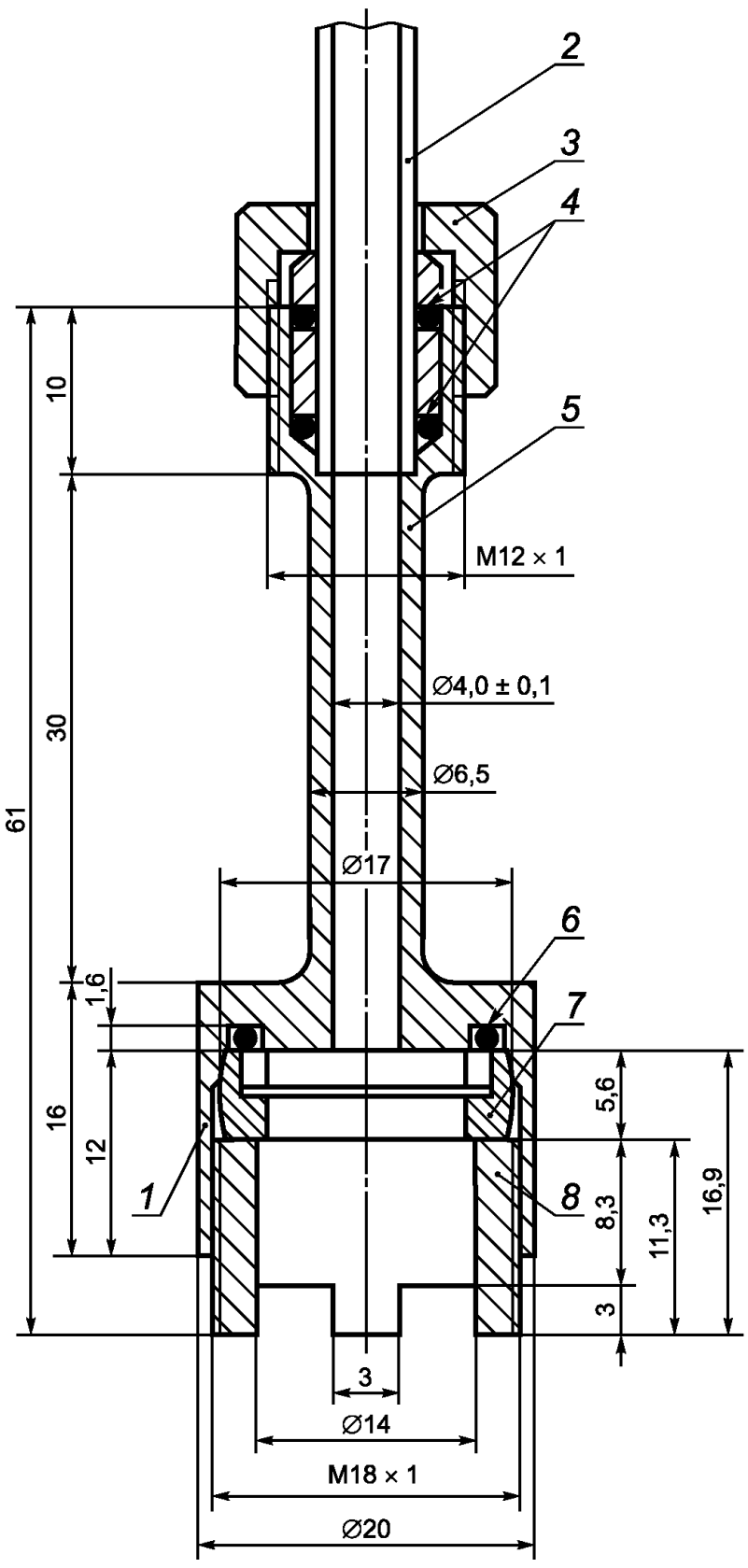
1 — прорезь, обеспечивающая снятие показаний температуры до минус 30 °С; *2* — пружинный зажим из нержавеющей стали для закрепления термометра; *3* — отверстие для вентиляции

Рисунок 5 — Пробка с отверстиями для термометра, пипетки и вентиляции



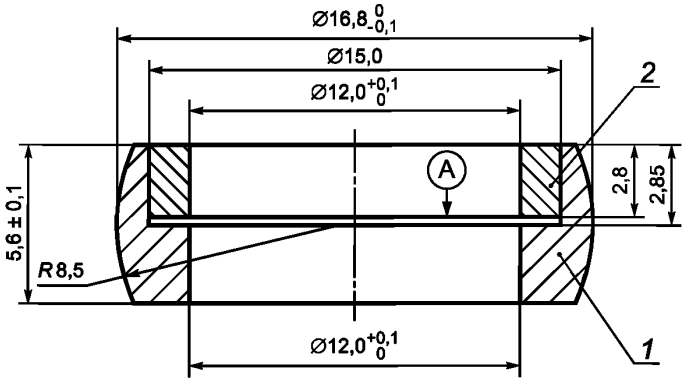
1 — пипетка вместимостью (20,0 ± 0,2) $см^3$ до метки; *2* — градуировочная метка

Рисунок 6 — Пипетка



1 — накатка; *2* — трубка пипетки; *3* — латунный навинчивающийся колпачок; *4* — уплотнительное кольцо из маслостойкого пластика круглого сечения 5,28 × 1,78 мм; *5* — латунный корпус; *6* — уплотнительное кольцо из маслостойкого пластика круглого сечения 12,42 × 1,78 мм; *7* — держатель фильтра; *8* — латунный резьбовой цилиндр

Рисунок 7 — Фильтр



1 — держатель; *2* — стопорное кольцо

Рисунок 8 — Латунный держатель фильтра

6.1.6 Стопорное кольцо из маслостойкого пластика или другого пригодного неметаллического, неабсорбирующего маслостойкого материала, используемое для удерживания кожуха (6.1.3) в устойчивом вертикальном положении в охлаждающей бане, а также для обеспечения соосного положения пробки (6.1.7). Конструкция показана на рисунке 4 для руководства, но она может быть изменена в зависимости от охлаждающей бани.

6.1.7 Пробка из маслостойкого пластика или другого подходящего неметаллического, неабсорбирующего маслостойкого материала для плотной посадки испытательного сосуда и стопорного кольца, как показано на рисунке 5. Пробка должна иметь три отверстия — для пипетки (6.1.8), термометра (6.1.9) и обеспечения вентиляции системы. При использовании термометра для высоких температур верхняя часть пробки должна иметь прорезь, которую используют для снятия показаний с термометра до температуры минус 30 °С (см. 6.1.9). Указатель на термометре должен совпадать с верхней поверхностью пробки для облегчения его установки по отношению к дну испытательного сосуда. Для фиксирования термометра в нужном положении следует использовать зажим из пружинной проволоки.

6.1.8 Пипетка с фильтрующим элементом

6.1.8.1 Пипетка из прозрачного стекла с градуировочной меткой, соответствующей объему (20,0 ± 0,2) см^3 на высоте (149,0 ± 0,5) мм от дна пипетки (см. рисунок 6). Пипетка должна соединяться с фильтрующим элементом (см. 6.1.8.2).

6.1.8.2 Фильтрующий элемент (см. рисунок 7), состоящий из:

1) латунного корпуса с резьбовым отверстием, в котором размещают держатель проволочной сетки. В отверстие устанавливают уплотнительное кольцо из маслостойкого пластика. Внутренний диаметр центральной трубки должен быть (4,0 ± 0,1) мм;

2) латунного винтового колпачка для соединения верхней части корпуса фильтрующего элемента (6.1.8.2) с нижней частью пипетки (6.1.8.1) для обеспечения герметичного соединения. Пример соответствующего соединения показан на рисунке 7;

3) диска из проволочной сетки из нержавеющей стали полотняного переплетения диаметром (15,0 ± 0,1) мм с номинальным размером ячеек 45 мкм. Номинальный диаметр проволоки должен быть 32 мкм. Требования к размерам ячейки:

- размер ячейки не должен превышать номинальное значение более чем на 22 мкм;
- средний размер ячейки должен быть в пределах ± 3,1 мкм от номинального размера;
- превышение номинального размера более чем на 13 мкм могут иметь не более 6 % ячеек;

4) латунного держателя фильтра, в котором стопорным кольцом прочно зафиксирован диск из проволочной сетки [см. 6.1.8.2, перечисление 3)]. Диаметр рабочей части сетки должен быть $12^{+0,1}_{0}$ мм (см. рисунок 8);

5) латунного цилиндра с наружной резьбой, который можно ввернуть в полость корпуса [6.1.8.2, перечисление 1)] для закрепления держателя фильтра [6.1.8.2, перечисление 4)] с уплотнительным кольцом [6.1.8.2, перечисление 1)]. Нижняя часть должна иметь четыре прорези, обеспечивающие протекание испытуемого образца через фильтрующее устройство.

Примечание 3 — Требования к проволочной сетке — по ISO 3310-1, в котором также приведены методы испытаний сетки.

6.1.9 Термометры по ASTM E 1 или IP, соответствующие требованиям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Температурный диапазон термометров и бани в зависимости от номера термометра

Параметр	Температурный диапазон	Номер термометра	
		ASTM	IP
Термометр			
Высокотемпературный диапазон для CFPP до минус 30 °С	От минус 38 °С до плюс 50 °С	5С	1С
Низкотемпературный диапазон для CFPP ниже минус 30 °С	От минус 80 °С до плюс 20 °С	6С	2С
Баня			
Охлаждающая баня	От минус 80 °С до плюс 20 °С	6С	2С

6.1.10 Охлаждающая баня

6.1.10.1 Можно использовать охлаждающую баню любого типа, форма и размеры которой обеспечивают установку кожуха (6.1.3) в устойчивом вертикальном положении на требуемой глубине.

6.1.10.2 Баня должна быть оснащена крышкой с одним или несколькими отверстиями для размещения стопорного кольца (6.1.6). Кожух (6.1.3) может быть постоянно закреплен в крышке.

6.1.10.3 Требуемое значение температуры бани с учетом допуска должно поддерживаться с помощью охлаждающей установки или охлаждающих смесей, обеспечивая равномерную температуру в бане путем перемешивания или с помощью перемешивающих устройств. В таблице 2 приведены установочные значения температуры бани, требуемые для определения CFPP. При использовании только одной бани она должна обеспечивать изменение температуры до следующего более низкого установочного значения температуры не более чем за 2 мин 30 с.

Таблица 2 — Температура охлаждающей бани

Предполагаемая предельная температура фильтруемости на холодном фильтре	Требуемая температура охлаждающей бани
Св. минус 20 °С	(–34,0 ± 0,5) °С
От минус 20 °С до минус 35 °С	(–34,0 ± 0,5) °С, затем (–51,0 ± 1,0) °С
Ниже минус 35 °С	(–34,0 ± 0,5) °С, затем (–51,0 ± 1,0) °С, затем (–67,0 ± 2,0) °С

6.1.11 Запорный кран

Стеклянный запорный кран с двумя наклонными каналами диаметром 3 мм.

6.1.12 Источник вакуума

Вакуумный насос или водяной насос, мощность которого достаточна для обеспечения скорости потока воздуха в регуляторе вакуума (15 ± 1) дм^3/ч во время испытания.

6.1.13 Регулятор вакуума

Стеклянный сосуд высотой не менее 350 мм, вместимостью не менее 5 дм^3, частично заполненный водой, оснащенный пробкой с тремя отверстиями, соответствующими диаметрам стеклянных трубок. Две трубки должны быть короткими и не должны погружаться в воду. Третья трубка внутренним диаметром (10 ± 1) мм должна быть достаточно длинной, чтобы один конец трубки был погружен в воду на 200 мм, а другой конец трубки выступал на несколько сантиметров над пробкой. Глубину погруженной части регулируют таким образом, чтобы получить падение давления на водяном манометре (200 ± 1) мм вод. ст. или (2,00 ± 0,05) кПа. Второй пустой сосуд вместимостью 5 дм^3 должен быть установлен на линии в качестве вакуумного резервуара для поддержания постоянного разрежения (см. рисунок 1).

6.1.14 Секундомер с ценой деления не более 0,2 с с точностью 0,1 % в течение 10 мин.

6.2 Автоматический аппарат

6.2.1 Автоматический аппарат должен иметь детали, соответствующие 6.1.2—6.1.8, платиновые термометры сопротивления, охлаждающую(ие) баню(и), вакуумный насос и соответствующие электронные контрольно-измерительные устройства.

6.2.2 Охлаждающая баня, холодильная установка, обеспечивающая поддержание требуемой температуры охлаждающей бани, а также автоматическое изменение температуры бани не позже чем через 2 мин 30 с на соответствующем этапе (см. 12.2.5).

6.2.3 Вакуумный насос, мощность которого достаточна для обеспечения скорости потока воздуха в регуляторе вакуума не менее (15 ± 1) дм^3/ч, и поддержания постоянного вакуума (200 ± 1) мм вод. ст. или (2,00 ± 0,05) кПа в процессе испытания. Для многопозиционных анализаторов, использующих один и тот же вакуумный насос, скорость потока воздуха следует проверять при одновременной работе нескольких позиций.

7 Реактивы и материалы

7.1 Гептан квалификации ч. или ч. д. а. (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся. Вреден при вдыхании).

7.2 Ацетон технической чистоты или чистый для анализа (**Предупреждение** — Легковоспламеняющийся).

7.3 Бумажный фильтр (размер пор — примерно 4—6 мкм).

7.4 Сертифицированные стандартные образцы.

8 Отбор проб

8.1 Если нет других указаний в спецификации на продукцию, пробы отбирают по ASTM D 4057 или ASTM D 4177 или в соответствии с национальными стандартами и/или правилами отбора проб испытуемого продукта.

9 Подготовка испытуемых проб

9.1 Фильтруют примерно 50 см^3 пробы (см. 8.1) через сухой бумажный фильтр (7.3) при температуре окружающей среды, но не ниже 15 °С.

10 Подготовка аппаратуры

10.1 Готовят ручной или автоматический аппарат для работы в соответствии с инструкциями изготовителя по калибровке, проверке и эксплуатации оборудования. Для ручного аппарата — см. рисунок 1.

10.2 Перед каждым испытанием разбирают фильтрующий элемент (6.1.8.2) и промывают его детали, а также испытательный сосуд (6.1.2), пипетку (6.1.8.1), термометр (6.1.9 для ручного аппарата) и платиновое сопротивление, используемое в автоматическом оборудовании, гептаном (7.1), затем ацетоном (7.2) и сушат струей очищенного воздуха. Проверяют чистоту и сухость всех элементов, включая кожух (6.1.3). Проверяют фильтрующий элемент [6.1.8.2, перечисление 3)], соединения [6.1.8.2, перечисление 2)] и корпус [6.1.8.2, перечисление 1)] на наличие повреждений, при необходимости их заменяют.

10.3 Для предотвращения утечки проверяют, плотно ли навинчен винтовой колпачок.

11 Калибровка и стандартизация

11.1 Регулируют автоматический аппарат CFPP (при использовании) в соответствии с инструкциями изготовителя.

11.2 Калибруют устройство для измерения температуры в соответствии с инструкциями изготовителя.

11.3 Периодически проверяют работоспособность ручного и автоматического аппаратов с помощью сертифицированного стандартного образца или внутреннего вторичного стандартного образца, например топлива с известным значением CFPP.

Примечание 4 — Следует выполнять проверку не менее двух раз в год, по возможности с использованием сертифицированных стандартных образцов. Проверку аппарата с использованием вторичного стандартного образца выполняют более часто (например, еженедельно).

11.4 Если значения CFPP, полученные с использованием стандартного образца, превышают значение повторяемости испытания (см. 14.2) или наблюдается неприемлемое статистическое смещение контроля качества, то проверяют характеристики и работоспособность аппарата для обеспечения соответствия требованиям настоящего стандарта. Для обеспечения правильной установки и калибровки аппарата следует использовать руководство по эксплуатации.

12 Проведение испытаний

12.1 Ручной аппарат

12.1.1 Устанавливают температуру охлаждающей бани на минус (34,0 ± 0,5) °С.

12.1.2 Устанавливают изолирующее кольцо (6.1.4) на дно кожуха (6.1.3). Если прокладки (6.1.5) не смонтированы на изолирующем кольце (6.1.4), то их устанавливают на расстоянии примерно 15 и 75 мм от дна испытательного сосуда (6.1.2).

12.1.3 Заливают отфильтрованную испытуемую пробу (раздел 9) в испытательный сосуд до градуировочной метки (45 $см^3$).

12.1.4 Закрывают испытательный сосуд пробкой (6.1.7) с пипеткой, фильтрующим элементом (6.1.8) и соответствующим термометром (6.1.9). Если предполагают, что CFPP ниже минус 30 °С, то используют термометр низкотемпературного диапазона. Не допускается заменять термометр в процессе испытания. Регулируют аппарат таким образом, чтобы нижняя часть фильтра [6.1.8.2, перечисление 5)] касалась дна испытательного сосуда; термометр устанавливают таким образом, чтобы его нижний кончик находился на расстоянии (1,5 ± 0,2) мм от дна испытательного сосуда. Следят за тем, чтобы резервуар ртутного шарика термометра не соприкасался ни со стенкой испытательного сосуда, ни с корпусом фильтра.

Примечание 5 — Точное расположение термометра в испытательном сосуде является критическим параметром настоящего метода испытания. Положение нижнего кончика термометра выше дна испытательного сосуда можно измерить косвенно, нанеся на стержень термометра метку на уровне пробки (6.1.7), когда нижний кончик термометра касается дна испытательного сосуда, и затем осторожно вытягивают термометр таким образом, чтобы базовая метка находилась на (1,5 ± 0,2) мм выше поверхности пробки.

12.1.5 Если кожух не вмонтирован в крышку охлаждающей бани, то его устанавливают вертикально на глубину (85 ± 2) мм в охлаждающую баню, поддерживаемую при температуре минус (34,0 ± 0,5) °С.

12.1.6 Устанавливают сборку испытательного сосуда в кожухе в устойчивом вертикальном положении.

12.1.7 При запорном кране (6.1.11), сообщающемся с атмосферой, соединяют пипетку с вакуумной системой (6.1.12 и 6.1.13) с использованием гибких трубок, закрепляемых на запорном кране (см. рисунок 1). Включают вакуумный насос и устанавливают на регуляторе вакуума (6.1.13) скорость воздушного потока 15 $дм^3$/ч. Перед началом испытания проверяют показание U-образного манометра, которое должно быть (200 ± 1) мм вод. ст. или (2,00 ± 0,05) кПа.

12.1.8 Испытание начинают сразу после установки испытательного сосуда в кожух. Если известна температура помутнения образца, то допускается подождать, пока проба охладится до температуры не менее чем на 5 °С выше температуры помутнения.

12.1.9 Когда температура испытуемой пробы достигает соответствующего целого числа, устанавливают запорный кран (6.1.11) в такое положение, при котором фильтр соединяется с источником вакуума, обеспечивая всасывание испытуемой пробы через проволочную сетку в пипетку, и одновременно включают секундомер.

12.1.10 Когда испытуемая проба достигает градуировочной метки на пипетке, останавливают секундомер и переключают запорный кран в начальное положение для выравнивания давления в пипетке с окружающей средой и слива пробы в испытательный сосуд.

12.1.11 Если при первом фильтровании время всасывания топлива до метки превышает 60 с, прекращают определение и повторяют испытание со свежей порцией испытуемой пробы начиная с более высокого значения температуры.

12.1.12 Процедуры по 12.1.9 и 12.1.10 повторяют после каждого снижения температуры испытуемой пробы на 1 °С до достижения температуры, при которой пипетка не заполняется до градуировочной

метки 20 см^3 в течение 60 с. Записывают значение температуры начала последней фильтрации как CFPP (см. раздел 13).

Примечание 6 — Для некоторых проб может наблюдаться аномальное протекание процесса всасывания, которое можно обнаружить, анализируя наблюдаемое время всасывания. В таком случае сначала происходит неожиданное снижение времени заполнения пипетки, затем время всасывания снова продолжает увеличиваться до достижения предельного значения 60 с.

12.1.13 Если фильтр не закупоривается при достижении температуры испытуемой пробы минус 20 °С, то испытание продолжают с использованием второй охлаждающей бани, поддерживаемой при температуре минус (51 ± 1) °С, быстро перемещая испытательный сосуд и фильтрующий элемент в новый кожух, установленный во второй охлаждающей бане. При использовании аппарата с одной баней устанавливают температуру холодильной установки на минус (51 ± 1) °С. Новое значение температуры должно достигаться в течение 2 мин 30 с после регулировки. Повторяют процедуры по 12.1.9 и 12.1.10 каждый раз после снижения температуры пробы на 1 °С.

12.1.14 Если фильтр не закупоривается при достижении температуры испытуемой пробы минус 35 °С, испытание продолжают с использованием третьей охлаждающей бани, поддерживаемой при температуре минус (67 ± 2) °С, быстро перенося испытательный сосуд и фильтрующий элемент в новый кожух, в следующую охлаждающую баню. При использовании аппарата с одной баней устанавливают температуру холодильной установки на минус (67 ± 2) °С. Новое значение температуры должно быть достигнуто в течение 2 мин 30 с после регулировки. Повторяют процедуры по 12.1.9 и 12.1.10, каждый раз после снижения температуры пробы на 1 °С.

12.1.15 Если фильтр не закупоривается при достижении значения температуры испытуемой пробы минус 51 °С, испытание прекращают (см. раздел 13).

12.1.16 Если после охлаждения в соответствии с 12.1.12—12.1.14 испытуемая проба заполняет пипетку до градуировочной метки менее чем за 60 с, но полностью не стекает обратно в испытательный сосуд при выравнивании давления в пипетке с окружающей средой через запорный кран (6.1.1) перед началом следующего всасывания, регистрируют температуру начала фильтрования как CFPP (см. раздел 13).

12.2 Автоматический аппарат

12.2.1 Проверяют, чтобы охлаждающая баня работала и требуемое значение температуры достигалось, как указано в инструкциях изготовителя.

12.2.2 Переносят отфильтрованную испытуемую пробу (см. раздел 9) в чистый и сухой испытательный сосуд до градуировочной метки 45 см^3.

12.2.3 Устанавливают на испытательный сосуд пробку (6.1.7) с пипеткой, фильтрующим элементом (6.1.8) и платиновым термометром сопротивления. Аппарат устанавливают таким образом, чтобы нижняя часть фильтрующего элемента [6.1.8.2, перечисление 5)] находилась на дне испытательного сосуда, а нижний кончик термометра располагался на расстоянии (1,5 ± 0,2) мм от дна испытательного сосуда. Следует убедиться, что термометр не касается стенок испытательного сосуда или корпуса фильтрующего элемента.

Примечание 7 — Точное размещение термометра в испытательном сосуде является критическим параметром настоящего метода. Положение нижнего кончика термометра выше дна испытательного сосуда можно измерить косвенно, нанося отметку на стержень термометра на уровне с пробкой (6.1.7), когда нижний кончик термометра касается дна испытательного сосуда, и затем осторожно поднимают термометр, чтобы базовая отметка находилась на расстоянии (1,5 ± 0,2) мм над верхней поверхностью пробки.

12.2.4 При необходимости снова подключают пипетку к вакуумной системе. Включают источник вакуума и регулируют таким образом, чтобы обеспечить скорость потока воздуха 15 дм^3/ч в регуляторе вакуума. Проверяют показание U-образного манометра (при использовании), которое должно быть (200 ± 1) мм вод. ст., или показание электронного регулятора вакуума, которое должно составлять (2,00 ± 0,05) кПа.

12.2.5 После установки сборки испытательного сосуда сразу нажимают кнопку пуска. Если известна температура помутнения, можно нажать кнопку пуска всасывания испытуемой пробы через фильтр после его охлаждения до температуры на 5 °С выше температуры помутнения. Аппаратура будет выполнять процедуру испытания, фильтруя пробу каждый раз при понижении температуры на 1 °С и измеряя время фильтрования. Испытание прекращают, если время достижения градуировочной метки 20 см^3 превышает 60 с при первом фильтровании, и повторяют с использованием свежей порции испытуемой пробы, начиная испытание при более высоком значении температуры. Аппарат регистрирует первое значение температуры как CFPP, при которой испытуемая проба не достигает метки 20 см^3 менее чем за

60 с или не стекает обратно в испытательный сосуд при отключении вакуума (см. раздел 13). Испытание будет прекращено, если температура образца достигнет минус 51 °С без закупоривания фильтра (см. раздел 13). Во время испытания аппарат обеспечивает автоматическое изменение температуры охлаждающей бани, как указано в таблице 3.

Таблица 3 — Изменение температуры охлаждающей бани в автоматическом аппарате

Параметр	Температура бани
Начало испытания	(–34,0 ± 0,5) °С
Температура пробы достигает значения минус 20 °С	(–51 ± 1) °С
Температура пробы достигает значения минус 35 °С	(–67 ± 2) °С

Примечание 8 — Для некоторых проб может наблюдаться аномальное протекание процесса всасывания, которое можно обнаружить, анализируя наблюдаемое время всасывания. В таком случае сначала происходит неожиданное снижение времени заполнения пипетки, затем время всасывания снова продолжает увеличиваться до достижения предельного значения 60 с.

12.2.6 Если используют автоматический CFPP аппарат, не оснащенный нижним световым датчиком, допускается его использовать только при соблюдении последовательности испытания, как при ручной процедуре (см. 12.1.16), таким образом, чтобы любые виды топлива, не стекающие обратно в испытательный сосуд, детектировались и регистрировались соответственно.

13 Протокол испытаний

13.1 Записывают значение температуры, зарегистрированное аппаратом или отмеченное в начале последней фильтрации как CFPP с точностью до 1 °С (12.1.22; 12.1.16 и 12.2.5).

13.2 Если испытуемая проба достигает значения температуры минус 51 °С без закупоривания фильтра (12.1.15 и 12.2.5), то в протоколе записывают: «фильтр не закупоривается при температуре минус 51 °С».

13.3 Протокол испытаний должен содержать:

13.3.1 Тип и идентификацию испытуемого продукта.

13.3.2 Обозначение настоящего стандарта.

13.3.3 Использованную процедуру отбора проб (см. раздел 8).

13.3.4 Результат испытаний по 13.1 или 13.2.

13.3.5 Отклонение от указанной процедуры (см. примечания 6 и 8).

13.3.6 Дату проведения испытаний.

14 Прецизионность и смещение

14.1 Прецизионность настоящего метода была установлена статистической обработкой результатов межлабораторных исследований.

14.2 Повторяемость (сходимость) *r*

Расхождение результатов испытаний, полученных в один и тот же день 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 1,76 °С только в одном случае из двадцати.

14.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать получаемые значения только в одном случае из двадцати:

$$0{,}102(25 - X)\ °C, \quad (1)$$

где X — среднеарифметическое значение двух результатов.

Примечание 9 — Прецизионность настоящего метода была установлена по результатам программы межлабораторных исследований, проведенной в 1988 г. Нефтяным институтом (IP). В программе приняли участие 46 лабораторий, было проанализировано 5 образцов со значением CFPP в диапазоне от 0 °С до минус 33 °С. Эти данные не распространяются на экстраполяции измерений более, чем на несколько градусов вне этого диапазона. Исходные данные программы 1988 г. были повторно проанализированы в 1997 г. с помощью программы ASTM D2PP[6]. Протокол повторной оценки можно получить в Центральном офисе ASTM.

14.4 Смещение

Процедура настоящего метода не имеет смещения, поскольку значение CFPP может быть определено только в терминах настоящего метода испытаний.

14.5 Относительное смещение

Результаты межлабораторных исследований подтверждают отсутствие относительного смещения между ручным и автоматическим аппаратами. Для арбитражных испытаний можно использовать как ручной, так и автоматический аппарат.

[6] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе отчета RR:D02-1452.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 2500	—	*
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4177	—	*
ASTM D 5771	—	*
ASTM D 5772	—	*
ASTM D 5773	—	*
ASTM E1	—	*
IP 309	—	*
ISO 3310-1	—	*
EN 116	IDT	ГОСТ EN 116—2013 «Топлива дизельные и печные бытовые. Метод определения предельной температуры фильтруемости»

* 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:

- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 665.753.4+665.754:66.067.11:006.354 МКС 75.160.30 IDT

Ключевые слова: дизельное топливо и топочный мазут, определение предельной температуры фильтруемости на холодном фильтре

Редактор *А.А. Бражников*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 08.09.2016. Подписано в печать 23.09.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 34 экз. Зак. 2262.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru