
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52332—
2022

ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ

Определение температуры замерзания
методом автоматического фазового перехода

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»), ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 августа 2022 г. № 768-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D5972—16 «Определение температуры замерзания авиационных топлив (автоматический метод фазового перехода)» [ASTM D5972—16 «Standard test method for freezing point of aviation fuels (automatic phase transition method)», MOD] путем:

- замены ссылочного документа в разделе 2;
- указания об отборе пробы;
- исключения информации о моделях и поставщике аппаратуры.

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

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 52332—2005

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.rst.gov.ru)

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

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

ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ

Определение температуры замерзания методом автоматического фазового перехода

Aviation fuels. Determination of freezing point by automatic phase transition method

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры, ниже которой в авиационных турбинных топливах образуются твердые кристаллы углеводородов.

1.2 Метод разработан для температур в диапазоне от минус 80 °С до плюс 20 °С, однако совместная программа сравнительных испытаний, проведенная в 2003 г. ASTM и IP (см. 12.4), подтвердила метод испытаний только для топлив с температурой замерзания в диапазоне от минус 60 °С до минус 42 °С.

1.3 Значения, приведенные в единицах системы СИ, являются стандартными.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2517 *Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб*

ГОСТ 31873 *Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб*

ГОСТ 33195 *Топлива авиационные. Определение температуры замерзания*

ГОСТ 34100.3 *Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения*

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Общий термин

3.1.1 **температура замерзания авиационных топлив** (freezing point): Температура топлива, при которой твердые кристаллы углеводородов, образовавшиеся при охлаждении, исчезают при повышении температуры топлива в определенных условиях испытания.

3.2 Специальные термины

3.2.1 **автоматический лазерный метод** (automatic laser method): Процедура автоматического охлаждения жидкого образца авиационного топлива до образования твердых кристаллов углеводородов с последующим регулируемым нагревом и регистрацией температуры, при которой кристаллы углеводородов полностью переходят в жидкую фазу.

3.2.2 **устройство Пельтье** (Peltier device): Твердотельный термоэлектрический прибор, состоящий из разнородных полупроводниковых материалов, компоновка которого обеспечивает передачу тепла образцу или отвод тепла от образца в зависимости от направления электрического тока, подаваемого к прибору.

4 Сущность метода

Отбор проб для получения образца авиационного топлива — по ГОСТ 2517, ГОСТ 31873.

Охлаждают образец авиационного топлива с постоянной скоростью (15 ± 5) °С/мин с помощью устройства Пельтье при непрерывном освещении источником света. При помощи системы оптических детекторов непрерывно контролируют образец для определения начала образования твердых кристаллов углеводородов. После образования кристаллов нагревают образец со скоростью ($10,0 \pm 0,5$) °С/мин до перехода всех кристаллов углеводородов в жидкую фазу. Используют достаточное количество детекторов, обеспечивающих обнаружение любых твердых кристаллов углеводородов. Регистрируют температуру образца, при которой последние кристаллы углеводородов переходят в жидкую фазу как температуру замерзания.

5 Назначение и применение

5.1 Температура замерзания авиационного топлива — это самая низкая температура, при которой в топливе отсутствуют твердые кристаллы углеводородов, наличие которых в топливной системе самолета может ограничить поток топлива через топливную систему. Температура топлива в баке самолета обычно снижается за время полета в зависимости от скорости, высоты и длительности полета. Температура замерзания топлива всегда должна быть ниже минимальной рабочей температуры топлива.

5.2 Операции смешивания топлива (добавление присадок) требуют точного измерения температуры замерзания.

5.3 Результаты по настоящему методу выражают с точностью до 0,1 °С; испытание по настоящему стандарту позволяет значительно сократить время работы оператора и исключает некоторые требования, необходимые для проведения испытания по ГОСТ 33195.

5.4 Если в стандарте на топливо указан метод испытания по ГОСТ 33195, его не следует заменять настоящим методом испытания или другим методом.

6 Аппаратура

6.1 Автоматический аппарат (далее — аппарат) состоит из управляемой микропроцессором испытательной камеры, обеспечивающей охлаждение и нагревание испытуемого образца, а также оптический контроль появления и исчезновения твердых кристаллов углеводородов и регистрацию температуры образца. Подробное описание аппарата приведено в приложении А1.

6.2 Аппарат должен быть оснащен ячейкой для образца, оптическими детекторами, источником света, цифровым дисплеем, устройством Пельтье и устройством измерения температуры образца.

6.3 Устройство измерения температуры образца в ячейке для образца должно обеспечивать измерение температуры в диапазоне от минус 80 °С до плюс 20 °С с разрешением и точностью до 0,1 °С.

6.4 Аппарат должен быть оборудован фитингами для обеспечения циркуляции жидкой среды для отвода тепла, выделяемого устройством Пельтье и другими электронными компонентами аппарата.

6.5 Аппарат должен быть оснащен фитингами для обеспечения циркуляции продувочного газа для очистки испытательной камеры, содержащей ячейку для образца, от воздействия атмосферной влаги.

7 Реактивы и материалы

7.1 *n*-Октан или *n*-нонан квалификации ч. д. а. (**Предупреждение** — воспламеняемый. Вреден при вдыхании. Беречь от источников тепла, искр и открытого огня).

7.2 Охлаждающая среда

Жидкая теплообменная среда для отвода тепла, выделяемого устройством Пельтье и другими электронными компонентами аппарата.

Примечание 1 — В некоторых аппаратах для доведения температуры образца до минус 60 °С в качестве охлаждающей жидкой среды предусмотрено использование водопроводной воды. Для охлаждения образца до минус 80 °С следует обеспечить циркуляцию к аппарату охлаждающей среды температурой минус 30 °С или ниже. Поскольку вода замерзает при 0 °С, в качестве охлаждающей среды можно использовать технический изо-пропанол или другой подходящий теплоноситель. Соотношение между температурой охлаждающей среды и минимальной температурой образца — в соответствии с инструкцией изготовителя.

7.3 Продувочный газ

В качестве продувочного газа используют воздух, азот, гелий или аргон с точкой росы ниже самой низкой температуры, достигаемой образцом в условиях испытания.

(**Предупреждение** — сжатый газ под высоким давлением).

(**Предупреждение** — инертный газ может вызывать удушье при вдыхании).

7.4 Пипетка для ввода образца вместимостью $(0,15 \pm 0,01)$ см³.

7.5 Ватные палочки

Ватные палочки с пластмассовым или бумажным стержнем для очистки ячейки для образца. (**Предупреждение** — использование ватных палочек с деревянным стержнем может привести к повреждению зеркальной поверхности ячейки для образца).

8 Подготовка аппарата

8.1 Подготовка аппарата — в соответствии с инструкцией изготовителя.

8.2 Включают систему циркуляции жидкой охлаждающей среды в соответствии с инструкцией изготовителя и убеждаются, что ее температура соответствует требованиям условий проведения испытания образца (см. примечание 1).

8.3 Включают подачу продувочного газа и убеждаются в том, что он отрегулирован до необходимого давления в соответствии с инструкциями изготовителя.

8.4 Включают электропитание аппарата.

Примечание 2 — Некоторые аппараты оборудованы генератором сухого продувочного газа, что устраняет необходимость подключения внешнего источника сжатого газа.

9 Калибровка и стандартизация

9.1 Калибровку, проверку и эксплуатацию аппарата осуществляют в соответствии с инструкцией изготовителя.

9.2 Для проверки рабочих характеристик аппарата используют образец авиационного турбинного топлива*, для которого был получен большой набор результатов испытаний при определении темпера-

* Допускается использовать стандартные образцы утвержденного типа соответствующего состава.

туры замерзания по *ГОСТ 33195*. Этому критерию соответствуют образцы, использованные в межлабораторной программе сравнительных испытаний ASTM. Такие контрольные образцы можно подготовить на основе сравнительных испытаний в лаборатории. Для проверки калибровки устройства измерения температуры в аппарате альтернативно можно использовать *n*-октан или *n*-нонан (см. 7.1) с известными температурами замерзания.

10 Проведение испытаний

10.1 Открывают крышку испытательной камеры и ватной палочкой очищают ячейку для образца.

10.2 Промывают ячейку для образца путем ввода в нее пипеткой $(0,15 \pm 0,01)$ см³ испытуемого образца. Очищают ячейку от образца ватной палочкой. В ячейке не должно оставаться видимых невооруженным глазом капель образца.

10.3 Повторяют процедуру по 10.2.

10.4 Вводят в ячейку для образца пипеткой $(0,15 \pm 0,01)$ см³ испытуемого образца.

10.5 Закрывают крышку испытательной камеры.

10.6 Запускают аппарат в соответствии с инструкцией изготовителя. С этого момента до окончания измерения аппарат автоматически контролирует все операции. Продувочный газ и жидкая охлаждающая среда начинают циркулировать через аппарат. Устройство Пельтье охлаждает образец со скоростью (15 ± 5) °С/мин. Оптические детекторы непрерывно контролируют образец на предмет образования кристаллов углеводов. Аппарат постоянно контролирует температуру образца и отображает ее значение на дисплее на передней панели аппарата. После обнаружения кристаллов углеводов аппарат нагревает образец со скоростью $(10,0 \pm 0,5)$ °С/мин пока все кристаллы снова не перейдут в жидкую фазу. В момент исчезновения последнего кристалла аппарат регистрирует температуру образца и завершает испытание.

10.7 Значение температуры замерзания будет отображено аппаратом.

10.8 Разблокируют и открывают крышку испытательной камеры и очищают ячейку от испытуемого образца.

11 Протокол испытаний

11.1 Регистрируют температуру, отображаемую аппаратом по 10.7, как температуру замерзания по настоящему стандарту. *Полученное значение округляют до первого десятичного знака.*

12 Прецизионность и смещение

При необходимости оценку неопределенности проводят по ГОСТ 34100.3.

12.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух испытаний, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных рабочих условиях в течение длительного интервала времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, может превышать 0,5 °С только в одном случае из двадцати.

12.1.1 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, может превышать 0,8 °С только в одном случае из двадцати.

12.2 Смещение

Смещение не установлено, поскольку отсутствуют жидкие смеси углеводов с известной температурой замерзания, которые имитируют авиационные топлива.

12.3 Относительное смещение

Результаты для всех образцов из межлабораторной программы были проверены на наличие смещения относительно метода, изложенного в *ГОСТ 33195*. В программе совместных межлабораторных испытаний 2003 г. ASTM/IP не выявлено лабораторного смещения.

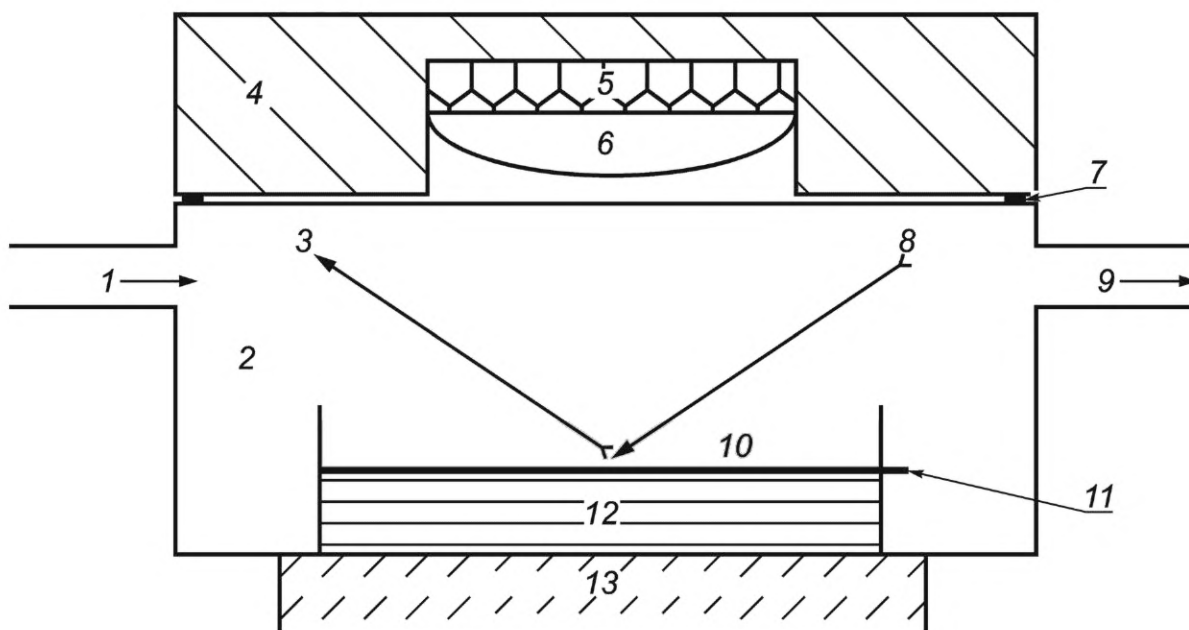
12.4 Прецизионность метода была установлена по результатам совместной программы межлабораторной испытаний ASTM/IP, проведенной в 2003 г. Участники программы проанализировали 13 проб различных видов авиационного топлива с температурой замерзания в диапазоне от минус 60 °С до минус 42 °С. В программу межлабораторных испытаний 2003 г. не включали образцы топлив марок Jet B или JP4. 12 лабораторий использовали аппараты автоматического фазового перехода Phase Technology серий 70, 70V и 70X и 15 лабораторий проводили испытания с использованием ручного метода, изложенного в *ГОСТ 33195*. Статистически обработанные данные по показателям прецизионности были собраны и рассчитаны с учетом разрешающей способности 0,1 °С, обеспечиваемой методом автоматического фазового перехода.

Примечание 3 — В межлабораторных сравнительных испытаниях, проведенных в 1994 г., были использованы модели аппарата серий 30, 50 и 70, и результаты всех видов испытанных топлив, за исключением двух, находились в пределах воспроизводимости метода по *ГОСТ 33195* (2,5 °С). Для этих двух образцов топлив (марок JP4 и Jet B) средние результаты были на 2,5 °С и 2,8 °С выше (теплее), чем у метода испытаний по *ГОСТ 33195*. Основываясь на данных межлабораторных сравнительных испытаний 1994 г., для образцов Jet B и JP4 может быть смещение по сравнению с ручным методом.

**Приложение А1
(обязательное)**

Испытательный аппарат

А1.1 Испытательная камера (см. рисунок А1.1), включающая в себя оптические детекторы, линзу, источник света, ячейку для образца, датчик температуры, устройство Пельтье и устройство для отвода тепла. Крышку испытательной камеры можно открывать для очистки ячейки для образца и ввода нового образца. После закрытия и блокировки камера становится герметичной. Для уплотнения сопрягаемых поверхностей между крышкой и остальной частью камеры используют уплотнительное кольцо круглого сечения. Воздух, оставшийся в закрытой камере, выдувают продувочным газом. Система впуска и выпуска продувочного газа показана на рисунке А1.1. Стенка испытательной камеры изготовлена из металла и пластмассы черного цвета, чтобы минимизировать отражение света.



1 — продувочный газ; 2 — испытательная камера; 3 — отраженный луч; 4 — крышка; 5 — оптические детекторы; 6 — линза; 7 — уплотнительное кольцо круглого сечения; 8 — источник света; 9 — продувочный газ; 10 — ячейка для образца; 11 — датчик температуры; 12 — устройство Пельтье; 13 — устройство для отвода тепла с жидкой или воздушной охлаждающей средой

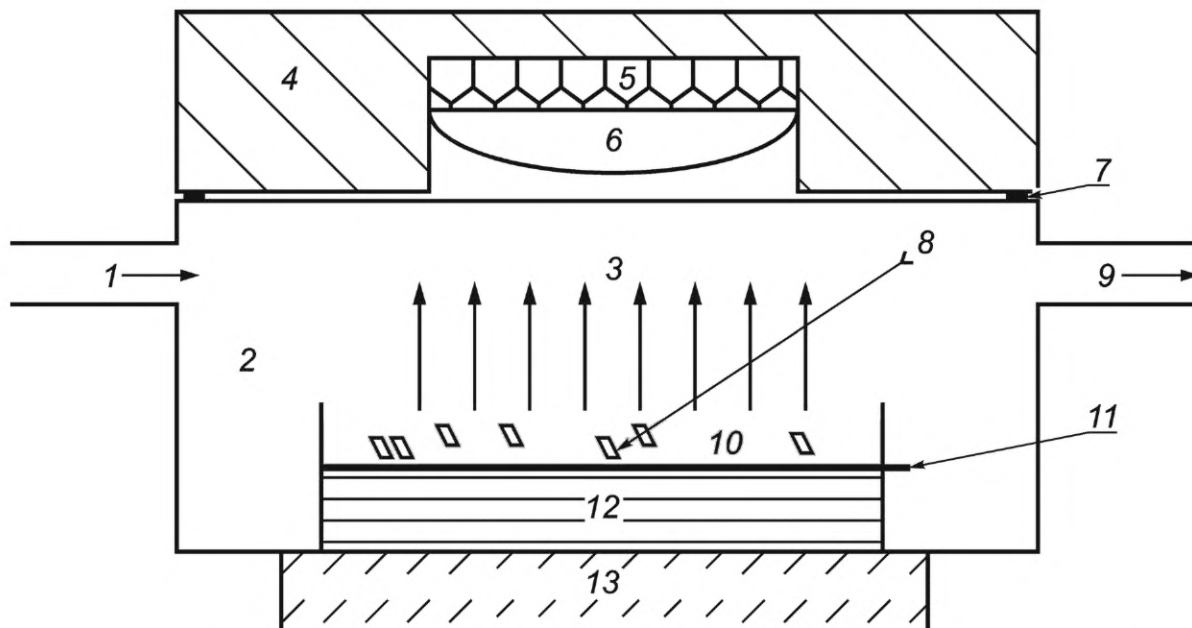
Рисунок А1.1 — Схема испытательной камеры

А1.1.1 Ячейка для образца представляет собой сосуд с пластиковыми стенками черного цвета и отполированным до зеркального блеска металлическим дном. Перенос тепла к образцу и от образца через металлическое дно контролируется устройством Пельтье.

А1.1.2 Датчик температуры с разрешающей способностью до 0,1 °С и точностью не менее 0,1 °С должен быть неотъемно встроен в дно ячейки для образца и расположен на расстоянии менее чем на 0,1 мм ниже верхней поверхности дна пробирки. Датчик температуры, изготовленный из платиновой нити, обеспечивает точное измерение температуры образца.

А1.1.3 Устройство Пельтье, обеспечивающее контроль температуры образца в широком диапазоне, который зависит от серии аппарата. Во время охлаждения образца тепло передается с верхней поверхности устройства к нижней. Поскольку верхняя поверхность находится в тепловом контакте с дном ячейки для образца, то образец будет охлаждаться. Нижняя поверхность устройства Пельтье находится в тепловом контакте с устройством для отвода тепла, из которого тепло отводится в охлаждающую среду. При нагревании образца происходит обратный процесс.

А1.1.4 Источник света обеспечивает луч с длиной волны (660 ± 10) нм. Источник света расположен таким образом, чтобы луч света падал на образец острым углом (см. рисунок А1.1). Свет отражается от полированного дна пробирки для образца. Если образец является однородной жидкостью, отраженный свет падает на крышку камеры черного цвета и поглощается. При появлении в образце кристаллов парафинов отраженный луч рассеивается на границе раздела фазы «твердое тело — жидкость». Значительное количество рассеянного света попадает на линзу (рисунок А1.2).



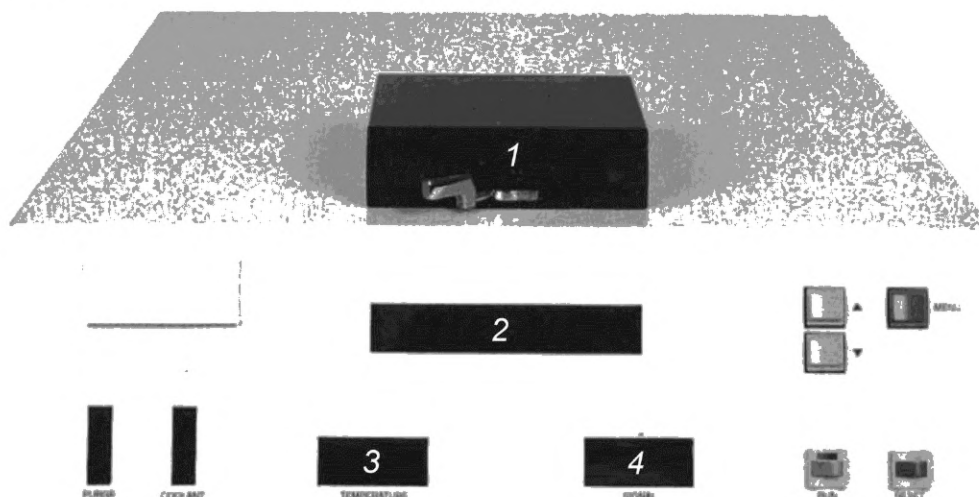
1 — продувочный газ; 2 — испытательная камера; 3 — отраженный луч; 4 — крышка; 5 — оптические детекторы; 6 — линза; 7 — уплотнительное кольцо круглого сечения; 8 — источник света; 9 — продувочный газ; 10 — ячейка для образца; 11 — датчик температуры; 12 — устройство Пельтье; 13 — устройство для отвода тепла с жидкой или воздушной охлаждающей средой

Рисунок А1.2 — Детектирование образования кристаллов

А1.1.5 Оптические детекторы расположены над линзой для контроля прозрачности образца. Расстояние между оптическими детекторами и линзой регулируют таким образом, чтобы отражение образца проецировалось на светочувствительную поверхность оптических детекторов. Для охвата зоны отражения используют достаточное количество оптических детекторов.

А1.2 Внешний интерфейс аппарата

Компоновка аппарата может изменяться, но рекомендуются следующие дисплеи и нажимные кнопки. Пример типового аппарата приведен на рисунке А1.3.



1 — крышка испытательной камеры; 2 — дисплей сообщений; 3 — дисплей температуры образца; 4 — дисплей светового сигнала

Рисунок А1.3 — Внешний вид аппарата

A1.2.1 Дисплей вывода сообщений отображает информацию о состоянии аппарата — аппарат находится в режиме ожидания (холостой режим) и не обнаружены неисправности. При завершении испытания на дисплее отображается результат. Дисплей отображает сообщение, если обнаружена неисправность в любом из основных компонентов аппарата. Подробное описание диагностических сообщений приведено в инструкции изготовителя аппарата.

A1.2.2 Дисплей вывода значений температуры образца обеспечивает индикацию текущей температуры образца во время испытания.

A1.2.3 Дисплей вывода светового сигнала обеспечивает индикацию текущей информации об уровне рассеянного света, полученном оптическими детекторами. Эта информация может быть использована обслуживающим персоналом для поиска и устранения неисправностей.

A1.2.4 Кнопки «MENU» позволяют оператору изменять температуру в градусах Цельсия на в градусах Фаренгейта и наоборот; отмечая, что шкалу Цельсия считают стандартной.

A1.2.5 Кнопка «RUN» позволяет оператору начинать испытание после помещения образца в испытательную камеру.

A1.2.6 Кнопка «RESET» позволяет оператору остановить испытание. После нажатия этой кнопки прибор немедленно остановит испытание.

Примечание A1.1 — Полное описание, инструкции по установке, настройке и обслуживанию аппарата изложены в инструкции изготовителя, поставляемой с каждым прибором.

УДК 665.753.2:665.7.035.2:536.421.4:006.354

ОКС 75.160.20

Ключевые слова: авиационные топлива, определение температуры замерзания, метод автоматического фазового перехода

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 18.08.2022. Подписано в печать 24.08.2022. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru