

ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ ТУРБИННЫЕ

**Метод определения характеристик отделения воды от топлив
с использованием портативного сепарометра**

ПАЛІВЫ АВІАЦЫЙНЫЯ ТУРБІННЫЯ

**Метад вызначэння характарыстык аддзялення вады ад паліваў
з выкарыстаннем партатыўнага сепарометра**

(ASTM D3948-13, IDT)

Издание официальное



Ключевые слова: топлива авиационные, коалесценция, коагулятор авиационного топлива, вещества поверхностно-активные, характеристика MSEP, отделение воды

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 15 декабря 2014 г. № 54

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D3948-13 Standard Test Method for Determining Water Separation Characteristics of Aviation Turbine Fuels by Portable Separometer (Стандартный метод испытания для определения характеристик отделения воды от авиационных турбинных топлив с использованием портативного сепарометра).

Стандарт ASTM разработан подкомитетом D02.J0.05 по чистоте топлив технического комитета по стандартизации ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов ASTM, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В стандарт внесено редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100).

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

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВЗАМЕН СТБ 1586-2005

© Госстандарт, 2015

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

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода.....	2
5 Значение и применение метода.....	2
6 Оборудование.....	3
7 Реактивы	7
8 Подготовка оборудования	9
9 Подготовка проб	10
10 Проведение испытания	10
11 Протокол испытания.....	13
12 Прецизионность и смещение метода	13
Приложения (справочные).....	18

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ ТУРБИННЫЕ**
Метод определения характеристик отделения воды от топлив
с использованием портативного сепарометра**ПАЛІВЫ АВІАЦЫЙНЫЯ ТУРБІННЫЯ**
Метад вызначэння характарыстык аддзялення вады ад паліваў
з выкарыстаннем партатыўнага сепарометра

Aviation turbine fuels
Method for determining water separation characteristics of fuels by portable separator

Дата введения 2015-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения характеристик отделения воды от авиационных турбинных топлив с использованием портативных приборов, предназначенных для проведения в полевых и лабораторных условиях быстрой оценки склонности топлив к отделению захваченной или эмульсионной воды при их прохождении через стекловолокнистый коалесцирующий материал.

1.2 Проведение испытания в настоящем стандарте предусмотрено при двух различных режимах работы испытательного оборудования. Основное различие режимов работы заключается в скорости прохождения потока топлива через стекловолокнистый коалесцирующий материал. Выбор режима испытания зависит от конкретного испытуемого топлива.

1.3 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Значения, приведенные в скобках, являются справочными.

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.

2 Нормативные ссылки**2.1 Стандарты ASTM ¹⁾:**

ASTM D1655-13a Технические требования к авиационным топливам для турбореактивных двигателей
ASTM D2550-85 Метод определения характеристик отделения воды от авиационных турбинных топлив (отменен в 1989 году) ²⁾

ASTM D3602-90a Метод определения характеристик отделения воды от авиационных турбинных топлив (отменен в 1994 году) ³⁾

ASTM D4306-13 Руководство по контейнерам для проб авиационных топлив, используемым при проведении испытаний, на которые влияет присутствие микропримесей

ASTM D7224-08 Стандартный метод определения характеристик отделения воды от керосинового авиационного топлива, содержащего присадки, с использованием портативного сепарометра

ASTM D7261-13 Стандартный метод определения характеристик отделения воды от дизельных топлив с использованием портативного сепарометра

2.2 Стандарты Министерства обороны США ³⁾:

MIL-T-5624 Топлива авиационные турбинные марок JP-4, JP-5 и JP-5/JP-8 ST

¹⁾ Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM www.astm.org или получить в службе работы с потребителями по адресу: service@astm.org. Информацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

²⁾ Информацию о последней утвержденной версии стандарта можно найти на веб-сайте www.astm.org.

³⁾ Имеются в наличии в бюро заказов документов по стандартизации (Bldg. 4 Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5094, Attn. NPODS).

MIL-T-38219 Топливо турбинное с низкой летучестью марки JP-7
MIL-T-83133 Топливо авиационное турбинное типа керосина NATO F34 (JP-8), NATO F-35 и JP-8+100

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют термины с соответствующими определениями, приведенные ниже и в стандартах ASTM D7224 и ASTM D7261.

3.2 Определения терминов:

3.2.1 характеристика, определяемая микросепарометром (характеристика MSEP⁴⁾) [Micro-Separometer rating (MSEP rating)], применяемая при производстве авиационных топлив: Числовое значение, характеризующее легкость отделения от авиационного топлива (топлива для газотурбинных двигателей) эмульсионной воды в присутствии поверхностно-активных веществ (сурфактантов) путем коалесценции.

3.2.1.1 Характеристики MSEP, полученные в режиме А и режиме В, имеют обозначение MSEP-A и MSEP-B соответственно.

3.2.1.2 Характеристики MSEP являются достоверными только в диапазоне значений от 50 до 100, при этом значения вблизи верхней границы данного диапазона указывают на чистое топливо с незначительным содержанием или отсутствием поверхностно-активных веществ, которое предположительно будет проявлять хорошие характеристики отделения воды при прохождении через фильтрующий сепаратор (фильтр коагулирующего типа) в реальных условиях эксплуатации.

3.2.2 стандартная жидкость (reference fluid), используемая при определении характеристик отделения воды от топлива с использованием приборов MSEP и DSEP⁴⁾ (прибор для определения характеристики отделения воды от дизельного топлива): Основа стандартной жидкости, к которой добавлено определенное количество известного поверхностно-активного вещества.

3.2.2.1 В качестве поверхностно-активного вещества обычно используют бис-2-этилгексил сульфосукцинат (также известный под названием АОТ), растворенный в толуоле.

3.2.3 сурфактант (surfactant) в нефтяных топливах: Поверхностно-активное вещество, способное дезактивировать коагулирующий элемент фильтрующего сепаратора, в результате чего в реальных условиях эксплуатации не происходит удаление свободной воды из топлива.

3.2.3.1 С технической точки зрения сурфактанты влияют на поверхностное натяжение между водой и топливом, что в свою очередь влияет на склонность капель воды к коалесценции.

3.3 Определение термина, применяемого только в настоящем стандарте

3.3.1 основа стандартной жидкости (reference fluid base) при определении характеристик отделения воды от авиационного топлива с использованием прибора MSEP: Авиационное топливо для газотурбинных двигателей, очищенное надлежащим образом с целью удаления всех поверхностно-активных веществ и имеющее значение характеристики MSEP не ниже 97.

4 Сущность метода

4.1 Получают в шприце эмульсию воды в пробе топлива, используя высокоскоростную мешалку. Затем эмульсию выталкивают из шприца через стандартный стекловолокнистый коагулятор с программируемой скоростью и анализируют вытекшее топливо на наличие неотделившейся воды путем измерения светопропускания. Регистрируют результаты определения по шкале с диапазоном значений от 0 до 100, округляя до ближайшего целого числа. Высокие значения указывают на способность воды легко коалесцировать, что свидетельствует об относительном отсутствии поверхностно-активных веществ. Испытание выполняют в течение 5 – 10 мин.

5 Значение и применение метода

5.1 Настоящий метод испытания позволяет определить наличие поверхностно-активных веществ в авиационных турбинных топливах. С помощью данного метода (как и с помощью методов, установленных в ASTM D2550 и ASTM D3602) можно обнаружить наличие в произведенном топливе следовых количеств примесей, перенесенных в топливо в процессе нефтепереработки. С помощью данных методов можно также обнаружить наличие поверхностно-активных веществ, добавленных или накопившихся

⁴⁾ MSEP, DSEP и Micro-Separometer являются торговыми марками компании EMCEE Electronics, Inc., 520 Cypress Ave., Venice, FL 34285.

в топливе во время его транспортирования от места производства до пункта назначения. Определенные присадки могут оказывать неблагоприятное воздействие на характеристику топлива. Некоторые из веществ, содержащихся в данных присадках, влияют на способность фильтрующих сепараторов отделять свободную воду от топлива.

5.2 Диапазон измерения микросепарометра составляет от 50 до 100. Значения, выходящие за пределы данного диапазона, являются неопределенными и недостоверными. В случае получения значения, превышающего 100, существует высокая вероятность того, что при установке контрольного уровня со значением 100 светопропускание было занижено веществом, содержащимся в топливе, использовавшемся для установки контрольного уровня. Данное вещество при последующем проведении испытания было удалено на этапе коалесценции, в результате чего обработанное топливо стало иметь более высокое значение светопропускания, чем проба топлива, использовавшаяся при установке контрольного уровня со значением 100, что в итоге привело к получению конечного результата определения со значением, превышающим 100.

5.3 Применяя сепарометр в режиме испытания А, для топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7, MIL JP-8 получают приблизительно такие же значения характеристики, как и при испытании в соответствии с методами по ASTM D2550 и ASTM D3602. При применении режима А значения характеристики отделения воды от топлив Jet B и MIL JP-4 могут быть не эквивалентны значениям, полученным при применении метода по ASTM D2550, но будут приблизительно такими же, как и значения, полученные при применении метода испытания в соответствии с ASTM D3602. Все микросепарометры можно использовать для испытания в режиме А.

5.4 Режим испытания В используют для определения значений характеристики отделения воды от топлив MIL JP-4, содержащих ингибиторы коррозии топливной системы и ингибиторы образования льда. Значения характеристики являются приблизительно такими же, как и значения, полученные при применении метода испытания в соответствии с ASTM D 2550.

5.5 Выбор режима испытания А или В зависит от вида топлива и технических требований, предъявляемых к топливу. В таблице 1 указаны приемлемые режимы испытания для различных топлив.

Таблица 1 – Приемлемые режимы испытания для различных топлив

Режимы испытания	
Топливо	Приемлемый режим испытания
Jet A	A
Jet A-1	A
Jet B	A
MIL JP-5	A
MIL JP-7	A
MIL JP-8	A
MIL JP-4	B

5.6 Основное различие режимов испытания А и В заключается в скорости прохождения потока водно-топливной эмульсии через ячейку стекловолнистого коагулятора. Время, требуемое для прохождения эмульсии через ячейку коагулятора, в режиме А составляет (45 ± 2) с, в режиме В – (25 ± 1) с.

6 Оборудование

6.1 Для проведения испытания применяют микросепарометр^{5), 6)}. Микросепарометр представляет собой портативный и автономный прибор, который может работать от встроенной перезаряжаемой аккумуляторной батареи или может подключаться к источнику питания переменного тока с помощью шнуров электропитания, пригодных для различных напряжений. При подключении к источнику питания

⁵⁾ Единственным поставщиком микросепарометров Mark V Deluxe и Mark X модели 1140, известным комитету в настоящее время, является компания EMCЕЕ Electronics, Inc. (520 Cypress Ave. FL 34285, www.emcee-electronics.com). При наличии сведений о других поставщиках они могут быть предоставлены в штаб-квартиру ASTM International. Данные сведения будут внимательно рассмотрены на заседании ответственного технического комитета, на котором можно присутствовать.

⁶⁾ Также могут использоваться микросепарометры модели 1140, версии Mark III или Mark V Standard, однако данные приборы больше не выпускаются. Методы с использованием указанных приборов приведены в ASTM D3948-87.

СТБ 1586-2014

переменного тока обеспечивается электропитание прибора и происходит зарядка батареи. Принадлежности, а также расходные материалы, необходимые для проведения шести испытаний, могут быть упакованы в крышку закрывающегося футляра.

Примечание 1 – Для проверки эквивалентности результатов испытаний, получаемых с использованием микросепараторов Mark X и Mark V Deluxe, было проведено обширное исследование. См. исследовательский отчет RR:D02-1647⁷⁾.

Примечание 2 – Микросепаратор Mark X имеет универсальный источник питания и требует использования только одного шнура питания в отличие от микросепаратора Mark V Deluxe, для которого требуется использование отдельных шнуров питания для различных напряжений.

6.2 Микросепараторы Mark V Deluxe и Mark X и их панели управления приведены соответственно на рисунках 1 и 2. Эмульгатор расположен справа на поднятой панели футляра, а приводной механизм шприца – слева. Панель с элементами управления размещается на неподвижной панели футляра с левой стороны. В таблице 2 перечислены операции, выполняемые вручную, и звуковые сигналы прибора.



Рисунок 1 – Микросепаратор Mark V Deluxe и его панель управления



Рисунок 2 – Микросепаратор Mark X и его панель управления

⁷⁾ Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1647.

Таблица 2 – Операции, выполняемые вручную, и звуковые сигналы микросепарометра модели 1140

Выполняемая операция (и) испытания	Mark V Deluxe A и B	Mark X
Функционирование Выбор режима испытания Режим А Режим В Выбор скорости перемещения приводного механизма шприца Цикл очистки (нажать кнопку)	Пусковые кнопки Нажать А Нажать В Не требуется START	Пусковые кнопки Нажать Jet А Нажать Jet В Не требуется Нажать Clean 1 Нажать Clean 2
Последовательность автоматических операций Запуск Отмена	START RESET	Нажать RUN Нажать RUN
Показание 1-го измерения 1-е измерение Настройка Показание 2-го измерения 2-е измерение Настройка Отбор пробы Показание 3-го измерения Запись показания	Нажать кнопки со стрелками Нажать кнопки со стрелками Звучит сигнал и подсвечивается лампочка сигнального индикатора C/S При снятии показания 3-го измерения подается пульсирующий звуковой сигнал в течение 5 с	Не требуется Не требуется Звучит сигнал и подсвечивается лампочка сигнального индикатора C/S Подается непрерывный сигнал

6.2.1 Все элементы управления расположены на панели управления в виде ряда кнопок. Кнопки управления при нажатии подсвечиваются, показывая статус операции. Автоматический выключатель, расположенный на панели управления, обеспечивает защиту сети переменного тока.

6.2.2 Микросепарометр Mark X имеет жидкокристаллический дисплей, расположенный на панели управления и отображающий необходимую для оператора информацию о ходе испытания. Данная информация показывает текущий статус операции и код ошибки, определяющий вид неисправности микросепарометра.

6.2.3 Турбидиметр расположен под основной панелью управления и состоит из ячейки, в которую помещают пробирку с пробой, источника света и фотоэлемента.

6.2.4 При нажатии на кнопку ON электронные схемы подключаются к источнику питания. Кнопка ON мигает, если прибор работает от источника переменного тока, и не мигает, если прибор работает от аккумуляторной батареи (постоянного тока). Обозначенные буквами кнопки последовательно подсвечиваются, указывая на состояние готовности прибора к работе (состояние READY).

Примечание 3 – Из всех обозначенных буквами кнопок А – G на панели управления микросепарометра Mark V Deluxe для данного метода испытания используют только кнопки с обозначениями А и В. Из всех обозначенных буквами кнопок JetA – Diesel на панели управления микросепарометра Mark X для данного метода испытания используют только кнопки с обозначениями JetA и JetB.

6.2.5 Текущее испытание может быть остановлено в любой момент времени при нажатии на кнопку RESET с возвратом программы в начальный режим. Обозначенные буквами кнопки последовательно подсвечиваются, указывая на нахождение прибора в состоянии готовности к работе (READY), при котором выбирается режим испытания.

6.2.6 Процедура испытания с использованием микросепарометра Mark V Deluxe

6.2.6.1 Выбор программы испытания по режиму А или В осуществляется нажатием кнопок с обозначением А или В. Нажатая кнопка подсвечивается, а последовательное подсвечивание остальных кнопок прекращается. Кнопка START при этом также подсвечивается.

6.2.6.2 При первом нажатии кнопки START иницируется цикл очистки CLEAN, во время которого приводной механизм шприца перемещается в верхнее положение, а двигатель эмульгатора запускается для выполнения операции очистки.

6.2.6.3 При нажатии кнопки START после цикла очистки CLEAN запускается выполнение автоматической программы операций, во время которой подсвечиваются индикатор READ и две кнопки со стрелками, указывая на наступление периода настройки измерительного диапазона. На дисплее прибора также появляется числовое значение.

6.2.6.4 Нажатием соответствующей кнопки со стрелкой значение, отображаемое на дисплее прибора, можно при необходимости увеличить или уменьшить до получения контрольного уровня со значением 100 для пробы топлива в пробирке турбидиметра.

6.2.7 Процедура испытания с использованием микросепарометра Mark X

6.2.7.1 Выбор программы испытания по режиму Test Mode A или Test Mode B осуществляется нажатием кнопок с обозначением Jet A или Jet B. Нажатая кнопка подсвечивается, а последовательное подсвечивание остальных кнопок прекращается. Кнопка CLEAN 1 при этом также подсвечивается.

6.2.7.2 При нажатии кнопок CLEAN 1 и CLEAN 2 иницируются первый и второй циклы очистки. По окончании второго цикла очистки загорается кнопка RUN.

6.2.7.3 При нажатии кнопки RUN иницируется выполнение последовательности автоматических операций при проведении испытания.

6.2.7.4 Контрольный уровень со значением 100 для топлива в пробирке устанавливается автоматически и не требует регулировки. Если турбидиметр не может автоматически настроить контрольный уровень топлива на значение 100, загорается индикатор оповещения об ошибке (ERROR ALERT) и на дисплее появляется код ошибки ERR-04.

6.3 На рисунке 3 показаны принадлежности и расходные материалы, необходимые для проведения испытания, включающие компоненты, приведенные ниже.

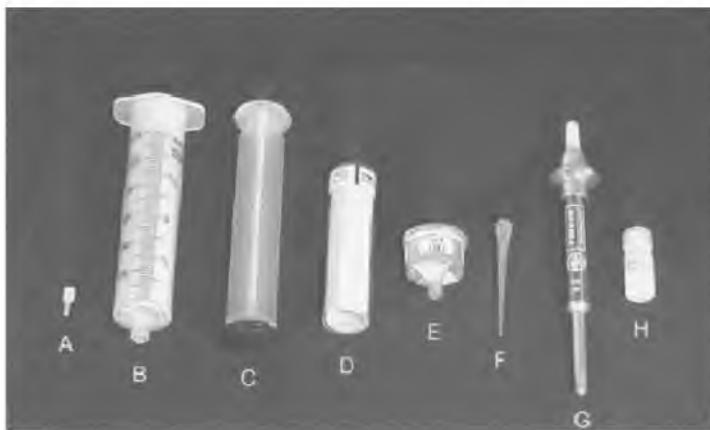


Рисунок 3 – Принадлежности для испытания

6.3.1 Пробка шприца А – пластмассовая пробка, используемая для закупоривания шприца при выполнении циклов очистки (CLEAN) и приготовления эмульсии (EMULSION).

6.3.2 Шприц (цилиндр) В и поршень С – одноразовый пластмассовый шприц.

6.3.2.1 При использовании шприцев, для которых не было установлено отсутствие загрязнений поверхностно-активными веществами при выполнении программы по определению прецизионности, аналогичной приведенной в разделе 12, результаты испытания будут недостоверными.

6.3.3 Пробирки D с наружным диаметром 25 мм с метками для правильного размещения в ячейке турбидиметра.

6.3.4 Коагулятор E Alumicel⁸⁾ – одноразовая предварительно откалиброванная алюминиевая ячейка с коническим наконечником, соответствующим по форме шприцу. На коагулятор нанесены три обозначения: Alumicel-D3948-JET FUEL.

6.3.5 Пипетка G с пластмассовым наконечником F – автоматическая пипетка с одноразовым пластмассовым наконечником. Пипетка поставляется в комплекте с каждым микросепарометром.

6.3.6 Сосуд для воды H – чистый сосуд для дистиллированной воды (поставляется в комплекте каждого набора для проведения шести испытаний).

⁸⁾ Зарегистрированная торговая марка компании EMCC Electronics, Inc.

6.3.7 Лабораторный стакан, чаша или пластмассовый сосуд, поставляемые с каждым микросепарометром, могут использоваться для сбора топлива, вытекающего из коагулятора при испытании (на рисунке 3 не показаны).

6.4 При проведении каждого испытания применяют новые шприц, наконечник пипетки, пробирки для испытуемых проб, пробку шприца, коагулятор марки Alomicel и дистиллированную воду. Эти одноразовые принадлежности поставляются в наборе, называемом MicroSeparometer Six Pack, в количестве, необходимом для проведения шести испытаний (рисунок 4)⁹⁾.



Рисунок 4 – Набор Six Pack и принадлежности для проведения испытаний

7 Реактивы

7.1 Аэрозоль ОТ – твердый (100 % обезвоженный) бис-2-этилгексил сульфосукцинат натрия.

7.2 Толуол, соответствующий требованиям технических условий Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества. (**Предупреждение** – Воспламеняющаяся жидкость. Пары ядовиты.)

7.3 Диспергирующий агент – раствор, содержащий 1 мг аэрозоля ОТ в 1 мл толуола. (**Предупреждение** – Воспламеняющаяся жидкость. Пары ядовиты.)

7.4 Основа стандартной жидкости – углеводородный продукт, не содержащий поверхностно-активных веществ, используемый для проверки надлежащего функционирования прибора, подготавливаемый в соответствии с приложением X1. (**Предупреждение** – Воспламеняющаяся жидкость. Пары ядовиты.)

7.5 Стандартные жидкости (для контроля рабочих характеристик микросепарометра), содержащие диспергирующий агент, добавляемый к основе стандартной жидкости, в концентрациях от 0 до 1,2 мл/л. (**Предупреждение** – Воспламеняющиеся жидкости. Пары ядовиты). Значения концентраций диспергирующего агента при испытании в режиме А для топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8 указаны в таблице 3, для топлива JP-B – в таблице 4. Значения концентраций диспергирующего агента при испытании в режиме В для топлива MIL JP-4 приведены в таблице 5. Стандартные жидкости испытывают в соответствии с разделом 10, используя приемлемый режим. Если результаты испытания выходят за границы диапазонов, указанных в таблицах 3 – 5, то стандартную жидкость бракуют, готовят необходимое количество новой жидкости и повторяют проверку. При повторном получении результатов определений, выходящих за пределы допустимых значений, микросепарометр необходимо направить изготовителю для регулировки и калибровки¹⁰⁾.

Примечание 4 – Основа стандартной жидкости, не содержащая диспергирующий агент, должна иметь значение характеристики не менее 99, иначе результаты контроля точности прибора могут быть недостоверными. Полученные значения, выходящие за пределы диапазона измерения от 50 до 100, являются неопределенными и недостоверными.

⁹⁾ Набор, включающий принадлежности для проведения шести испытаний, поставляется компанией EMCSE Electronics, Inc. 520 Cypress Ave., Venice, FL 34285.

¹⁰⁾ Инструкция по эксплуатации прилагается к каждому микросепарометру.

7.5.1 Стандартную жидкость готовят посредством добавления диспергирующего агента по 7.3 к необходимому количеству основы стандартной жидкости в кондиционированном соответствующим образом контейнере или мерной посуде.

7.5.1.1 При использовании нового или некондиционированного контейнера для пробы на его стенках могут оседать присадки и могут быть получены завышенные значения характеристики MSEP. Для кондиционирования поверхности контейнера смесь, содержащую присадки, следует выдержать в нем в течение 24 ч, затем слить и заменить на свежую.

7.5.1.2 Калибровку прибора при его использовании в полевых испытаниях можно проверить проведением испытания MSEP для раствора диспергирующего агента (приготовленного в соответствии с 7.3), основы стандартной жидкости (приготовленной в соответствии с приложением X1) и дистиллированной воды. Раствор в разведении 10 : 1 готовят следующим образом: 10 мл диспергирующего агента добавляют к 90 мл толуола (7.2). Так как 1 мл раствора содержит 0,1 мл диспергирующего агента, то при добавлении к 50 мл основы стандартной жидкости 50 мкл приготовленного раствора концентрация диспергирующего агента составит 0,1 мл/л. Значение концентрации диспергирующего агента 0,1 мкл/л является кратным значениям концентраций, приведенным в таблицах 3 – 5. Это упрощает добавление раствора диспергирующего агента для увеличения концентрации на 0,1 мл/л и дистиллированной воды, необходимых для проведения испытания MSEP, с использованием пипетки (6.3.5) вместимостью 50 мкл. В зависимости от типа основы стандартной жидкости значения характеристики MSEP сравнивают со значениями, указанными в соответствующей таблице для конкретной концентрации диспергирующего агента.

Таблица 3 – Ожидаемые результаты определения характеристики стандартных жидкостей на основе топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7, MIL JP-8, содержащих диспергирующий агент, при испытании в режиме А

Концентрация диспергирующего агента, мл/л	Стандартное значение характеристики	Пределы допускаемых значений ^А	
		min	max
0	99	97	100
0,2	89	82	94
0,4	80	69	88
0,6	72	59	83
0,8	65	51	77

^А Диапазон допускаемых значений получен путем увеличения содержания диспергирующего агента, применяемого для проверки калибровки прибора.

Таблица 4 – Ожидаемые результаты определения характеристики стандартных жидкостей на основе топлива Jet B, содержащего диспергирующий агент, при испытании в режиме А

Концентрация диспергирующего агента, мл/л	Стандартное значение	Пределы допускаемых значений ^А	
		min	max
0	99	96	100
0,3	92	86	97
0,6	88	81	95
0,9	86	78	94
1,2	79	69	90

^А Диапазон допускаемых значений получен путем увеличения содержания диспергирующего агента, применяемого для проверки калибровки прибора. Диапазоны значений получены посредством линейной регрессии (предельные отклонения соответствуют двум среднеквадратическим отклонениям) по данным MSS из исследовательского отчета RR:D02-1050¹¹⁾.

¹¹⁾ Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1274.

Таблица 5 – Ожидаемые результаты определения характеристики стандартных жидкостей на основе топлива MIL JP-4, содержащего диспергирующий агент, при испытании в режиме В

Примечание 1 – Стандартные значения характеристики основаны на фактических средних значениях, а пределы допускаемых значений основаны на отклонениях от среднего значения, составляющих $\pm 1/2$ от рассчитанного значения воспроизводимости. Для базового стандартного топлива вместо фактического среднего значения использовалось стандартное значение характеристики 99, являющееся более предпочтительным.

Концентрация диспергирующего агента, мл/л	Стандартное значение характеристики	Пределы допускаемых значений ^A	
		min	max
0	99	93	100
0,2	88	83	93
0,4	81	76	86
0,6	74	69	79
0,8	69	64	74
1,0	64	59	69
1,2	60	55	65

^A Диапазон допускаемых значений получен путем увеличения содержания диспергирующего агента, применяемого для проверки калибровки прибора. Пределы допускаемых значений получены на основании данных испытаний, проведенных в 8 – 10 лабораториях в 1983 г. (см. исследовательский отчет RR:D02-1274)¹²⁾.

7.6 Вода дистиллированная, не содержащая поверхностно-активных веществ

7.6.1 При использовании недистиллированной воды (например, водопроводной) результаты испытания будут недостоверными.

8 Подготовка оборудования

8.1 Размещают прибор на чистом рабочем месте при температуре окружающей среды от 18 °C до 29 °C (65 °F – 85 °F). Температура при испытании не должна изменяться более чем на ± 3 °C (5 °F).

8.2 Открывают футляр и поднимают правую панель до ее установки и фиксации в вертикальном положении. При наличии источника переменного тока присоединяют шнур электропитания и включают прибор. Если используют встроенную аккумуляторную батарею, убеждаются в том, что уровень ее заряда является достаточным для выполнения требуемого количества испытаний. Если лампочка питания не загорается, это свидетельствует о низком заряде батареи. Прибор перед использованием необходимо подключить к источнику питания переменного тока не менее чем на 16 ч (полная зарядка). После этого можно провести приблизительно 25 испытаний.

Примечание 5 – Если уровень заряда батареи прибора Mark X будет недостаточен для проведения испытания, на дисплее отобразится код ошибки ERR-06, указывающий на необходимость зарядки батареи.

8.2.1 Приборы Mark V Deluxe и Mark X включаются нажатием кнопки с надписью ON. Лампочка индикатора этой кнопки начнет мигать, если прибор подключен к источнику переменного тока. Если прибор работает от аккумуляторной батареи, то мигание не происходит. Мигание индикаторной лампочки питания во время любого этапа проведения испытания с питанием прибора от батареи указывает на то, что батарею необходимо зарядить.

8.3 Необходимо подготовить шприцы, пробирки, коагуляторы марки Alomicel, пробки для шприцев, наконечники для пипеток, а также чистый сосуд с дистиллированной водой. Все эти принадлежности поставляются в наборе для проведения шести испытаний вместе с прибором. Кроме того, необходимо заранее подготовить пипетку.

8.4 Время перемещения привода шприца при проведении испытания откалибровано изготовителем для каждого режима работы и оказывает значительное влияние на окончательные результаты испытания. Приборы Mark V Deluxe и Mark X имеют систему самоконтроля для обнаружения отклонений времени перемещения приводного механизма шприца за пределы допустимых значений.

Примечание 6 – Время перемещения приводного механизма шприца, превышающее максимальное допустимое значение, приводит к получению завышенных результатов испытания, и наоборот, если время перемещения приводного механизма шприца ниже минимального допустимого значения, получают заниженные результаты.

¹²⁾ Инструкция по эксплуатации прилагается к каждому микросепарометру.

8.4.1 Прибор Mark V Deluxe

Загорается лампочка аварийного индикатора (с надписью SYR), и в зависимости от степени отклонения времени перемещения (более 3 с) звучат три сигнала, длительность каждого из которых равна 1 с. Случайный сигнал может иметь место в условиях прерывистого перемещения, что не будет свидетельствовать о поломке прибора. Однако при повторяющихся аварийных сигналах необходимо направить прибор изготовителю для повторной настройки.

8.4.2 Прибор Mark X

Во время испытания загорается аварийная индикаторная лампочка и отображается код ошибки ERR-03, указывающий на отклонение времени перемещения привода шприца за пределы допустимых значений. В случае остановки шприца при перемещении вверх или вниз отображаются соответственно коды ошибок ERR-01 и ERR-02.

9 Подготовка проб

9.1 Испытуемое топливо никогда предварительно не фильтруют, так как фильтрующая среда может удалить поверхностно-активные вещества, для определения которых предназначен метод настоящего стандарта. Если испытуемое топливо загрязнено механическими примесями, то перед испытанием топливу дают отстояться для их осаждения.

9.2 В приложении X2 рассмотрены особые меры предосторожности, касающиеся контейнеров для проб и методов отбора проб. При отборе проб как непосредственно в шприц для проведения испытания, так и в контейнер требуется проявлять повышенную осторожность и соблюдать чистоту. Перед тем как вылить пробу из контейнера, тщательно вытирают сливное отверстие чистой мягкой тканью, выливают испытуемую пробу в чистый стакан или непосредственно в цилиндр шприца.

Примечание 7 – Установлено, что результаты испытания с использованием настоящего метода чувствительны к загрязнению микропримесями, поступающими из контейнеров для проб. Информация о рекомендуемых контейнерах приведена в ASTM D4306.

9.3 Если температура испытуемой пробы не находится в диапазоне 18 °C – 29 °C (65 °F – 85 °F), то пробу выдерживают до достижения необходимой температуры.

10 Проведение испытания

10.1 Выбирают режим испытания А или В. (См. таблицу 1 по выбору приемлемого режима испытания для конкретного топлива).

Примечание 8 – Испытание топлива JP-4 должно проводиться в режиме В.

10.1.1 Для выбора режима А или В нажимают соответственно кнопку А или кнопку В (Mark V), кнопку Jet A или кнопку Jet B (Mark X). Последовательное мигание индикаторов других кнопок прекращается, индикатор нажатой кнопки станет гореть непрерывно. Требуемая скорость перемещения шприца устанавливается автоматически.

10.2 Из нового шприца вместимостью 50 мл вынимают поршень и вытирают его конец чистой мягкой тканью для удаления пленки смазки. Вставляют пробку в выпускное отверстие шприца, наливают (50 ± 1) мл топлива и помещают цилиндр шприца в держатель эмульгатора, поворачивая его для закрепления в установленном месте. Необходимо убедиться, что цилиндр шприца расположен на одной линии с осью мешалки и не касается лопастей.

10.2.1 Правильное расположение шприца можно проверить, перемещая его рукой до тех пор, пока лопасти на конце оси мешалки не освободятся и не будут касаться стенок шприца. Нарушение соосности может стать причиной образования и скопления на фильтре коагулятора пластмассовой стружки, что приведет к получению недостоверных результатов. Это касается всех приборов, включая приборы, снятые компанией EMCEE Electronics с производства с июля 1988 г. Начиная с указанной даты по согласованию с ASTM все новые приборы и также приборы, направленные на техническое обслуживание и ремонт, должны оснащаться отталкивателем, устанавливаемым на оси мешалки для предотвращения соприкосновения шприца с лопастями.

10.3 Запускают первый цикл очистки, нажав кнопку START (Mark V) или кнопку CLEAN 1 (Mark X) после загорания на ней индикатора. (**Предупреждение** – Включение мешалки без установки шприца с топливом не допускается. Смазывание подшипников мешалки осуществляется топливом.)

Примечание 9 – В случае, если скорость эмульгатора превышает предельно допустимое значение, загорается аварийная лампочка и на дисплее отображается код ошибки ERR-05.

10.4 По окончании первого цикла очистки, когда двигатель мешалки остановится, снимают шприц с эмульгатора, выливают топливо, тщательно опорожня шприц. Наливают в шприц (50 ± 1) мл свежего топлива. Шприц устанавливают в держатель эмульгатора (поворачивают до фиксации в нужном положении). Визуально проверяют расположение цилиндра шприца на одной линии с осью мешалки и отсутствие контакта с лопастями мешалки.

10.5 Второй цикл очистки

10.5.1 Mark V Deluxe

Запускают второй цикл очистки (CLEAN), нажимая последовательно кнопку RESET, кнопку А или В и кнопку START после загорания на ней индикатора.

10.5.2 Mark X

Запускают второй цикл очистки (CLEAN), нажимая кнопку CLEAN 2.

10.6 Помещают в новую пробирку от 15 до 20 мл испытуемого топлива. Внешнюю поверхность пробирки вытирают чистой мягкой тканью и устанавливают ее в ячейку турбидиметра, совмещая черную метку на пробирке с белой линией на передней панели.

10.7 По окончании второго цикла очистки, когда двигатель мешалки остановится, снимают шприц с эмульгатора, выливают топливо, тщательно опорожня шприц. Наливают в шприц (50 ± 1) мл свежего испытуемого топлива.

10.7.1 Обращаются со шприцем таким образом, чтобы свести к минимуму нагревание пробы топлива теплом, выделяемым человеческим телом.

10.8 Используя пипетку и новый пластмассовый наконечник, добавляют 50 мкл дистиллированной воды к пробе топлива следующим образом: удерживая пипетку в руке, прикладывают незначительное вращательное усилие к пластмассовому наконечнику для его плотного прилегания, надавливают на поршень и погружают наконечник пипетки чуть ниже уровня поверхности воды, поднимают поршень и медленно извлекают пипетку из воды так, чтобы на внешней поверхности наконечника не осталось ее капля. Погружают наконечник пипетки чуть ниже уровня поверхности топлива в центре шприца (рисунок 5), надавливают на поршень, следя за тем, чтобы капли воды аккуратно отрывались и падали на дно, достают пипетку и извлекают поршень.



Рисунок 5 – Добавление воды

10.9 Шприц устанавливают в держатель эмульгатора и поворачивают его для фиксации в нужном положении.

10.10 Для прибора Mark V после установки шприца в соответствующее положение запускают программу автоматической стадии испытания для приемлемого режима, указанного в таблице 2, нажимая кнопку START (рисунок 1). Если по какой-либо причине испытание необходимо прервать и начать его проведение заново, то нажатием кнопки RESET отменяют выполнение текущего действия и возвращают программу в исходное положение, начиная с цикла очистки (CLEAN).

10.10.1 Автоматическая программа запускается с оповещением о снятии прибором показаний (звучит четыре коротких сигнала), после чего следует период настройки измерительного диапазона продолжительностью 10 с. Во время этого периода подсвечиваются кнопки со стрелками, нажатием на которые можно настроить показание прибора на значение 100 (рисунок 6). Если настройку в течение указанного периода завершить невозможно, то ее можно выполнить позже, во время протекания в ходе испытания второго периода настройки прибора.



Рисунок 6 – Эмульгирование

10.10.2 После настройки измерительного диапазона приводится в действие двигатель мешалки и начинается процесс эмульгирования.

Примечание 10 – Несколько капель топлива могут просочиться из головной части эмульгатора во время его работы на высокой скорости. Это не повлияет на результаты испытания.

10.11 Для прибора Mark X после установки шприца в соответствующее положение запускают программу автоматической стадии испытания для приемлемого режима, указанного в таблице 2, нажимая кнопку RUN.

10.11.1 Автоматическая программа запускается с оповещением о снятии прибором показаний (звучит четыре коротких сигнала), после чего следует период настройки измерительного диапазона продолжительностью от 2 до 30 с. Во время этого периода турбидиметр автоматически настраивается на показание 100. Если настройку в течение указанного периода завершить невозможно, загорается индикаторная лампочка ERROR ALERT и отображается код ошибки ERR-04.

10.12 После настройки измерительного диапазона приводится в действие двигатель мешалки и начинается процесс эмульгирования.

10.13 Когда мешалка остановится (после эмульгирования), снимают цилиндр шприца с эмульгатора и частично вставляют поршень для закрытия открытого конца, плотно прижимая пробку к отверстию шприца. Переворачивают шприц (отверстием вверх), вынимают пробку и выпускают воздух из цилиндра шприца без значительной потери топлива, осторожно перемещая поршень до отметки 50 мл. (Чистой мягкой тканью собирают небольшое количество топлива, которое может выделиться в виде пены). Присоединяют коагулятор марки Alumicel к концу цилиндра шприца.

10.13.1 Помещают шприц в сборе в приводной механизм шприца (рисунок 7). Для снижения сопротивления поршня при движении в цилиндре шприц в сборе устанавливают в приводном механизме шприца в вертикальном положении, чтобы поршень при этом располагался параллельно толкателю этого механизма. Под коагулятором марки Alumicel помещают сосуд для отходов, в который собирают часть испытуемой пробы топлива, оставшуюся после проведения коалесценции.



Рисунок 7 – Коалесценция

10.13.2 Соединяют электрически коагуляторы марки Alumicel с микросепарометром для предотвращения накопления электростатического разряда, который может привести к возгоранию легковоспламеняющихся испытуемых топлив. Приборы Mark V Deluxe и Mark X оснащены заземляющим проводом с зажимом типа «аллигатор» на одном конце и однополюсным штепселем на другом конце. Закрепляют зажим типа «аллигатор» на коагуляторе марки Alumicel и вставляют штепсель в гнездо заземления корпуса прибора (рисунок 7). Для моделей, выпущенных ранее, используют другие методы заземления.

10.14 Четыре коротких звуковых сигнала оповестят о начале второго периода настройки прибора. При необходимости (для прибора Mark V) оператор должен настроить показание прибора на значение 100. По окончании периода настройки прибора приводной механизм шприца начнет опускаться вниз, продавливая водно-топливную эмульсию через коагулятор (рисунок 7). При выполнении этой операции пробирку вынимают из ячейки турбидиметра и выливают из нее топливо.

10.15 Собирают последние 15 мл пробы топлива, пропущенной через коагулятор Alumicel (рисунок 8), когда загорится лампочка индикатора сбора топлива (с надписью C/S) и прозвучит короткий звуковой сигнал. Чтобы уменьшить количество воздуха, попадающего в топливо во время этой операции, пробирку располагают под небольшим углом, позволяя топливу стекать по внутренней поверхности ее стенки. Пробирку убирают непосредственно перед выходом из коагулятора последней порции топлива.



Рисунок 8 – Сбор вытекающего топлива

10.16 Вытирают внешнюю поверхность пробирки чистой сухой тканью для удаления отпечатков пальцев и топлива. Помещают пробирку в ячейку турбидиметра, совмещая метку на пробирке с меткой на панели управления спереди ячейки. По истечении заданного времени (1 мин) прозвучит сигнал (продолжительностью 4 с), оповещающий оператора о скором включении измерительного устройства.

10.17 В момент завершения подачи сигнала измерительное устройство прибора включается автоматически приблизительно на 10 с.

10.17.1 Считывание значения характеристики MSEP осуществляется в середине 10-секундного цикла и сопровождается подачей короткого сигнала продолжительностью 1 с.

Примечание 11 – Результаты испытания сохраняются в памяти прибора Mark X до проведения следующего испытания.

Примечание 12– Численные значения, выходящие за пределы диапазона измерения от 50 до 100, являются неопределенными и недостоверными (см. 5.2).

11 Протокол испытания

11.1 Результаты, полученные в соответствии с 10.17.1, записывают в протокол испытания как значение характеристики MSEP-A (при проведении испытания в режиме A) или как значение характеристики MSEP-B (при проведении испытания в режиме B).

12 Прецизионность и смещение метода

12.1 Значения характеристики MSEP-A, полученные при испытании в режиме A, имеют показатели прецизионности, определенные при испытании проб идентичного испытуемого топлива десятью операторами на десяти приборах в одном месте, приведенные ниже.

12.1.1 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами определения характеристики MSEP-A, полученными одним и тем же оператором на одном и том же микросепараторе при одинаковых условиях испытания на идентичном испытуемом продукте в течение продолжительного периода времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже (примечание 13).

Примечание 13 – Эти результаты получены при выполнении в 1983 г. программы совместных испытаний с участием десяти лабораторий и использованием стандартных топлив и проб, отобранных в полевых условиях. Значения повторяемости и воспроизводимости были определены на основании результатов испытаний, полученных на идентичных пробах в одной и той же лаборатории в течение нескольких дней подряд разными операторами с использованием разных приборов. Результаты определения прецизионности, в частности воспроизводимости, полученные в различное время и в различных лабораториях, могут не совпадать с указанными выше результатами, поскольку они могут содержать погрешности, обусловленные отбором проб и влиянием окружающей среды.¹³⁾

На практике два результата, полученные в различных лабораториях (в разных местах), будут приемлемы, если расхождение между ними не будет превышать опубликованные значения воспроизводимости. Методы оценки, являются ли результаты приемлемыми или нет в том случае, если расхождение превышает значение воспроизводимости, отсутствуют.

В настоящее время рассматривается необходимость проведения дополнительных совместных испытаний для определения воспроизводимости результатов для проб, доставляемых в различные лаборатории (пробы могут быть неидентичными во время испытания).

12.1.1.1 Стандартные топлива

Значения повторяемости результатов определения характеристики MSEP-A стандартных топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8 приведены на рисунке 9 (примечание 14). Эти данные были получены при испытании в режиме А на приборе Mark V.

Примечание 14 – Результаты получены в 1978 году при выполнении программы совместных испытаний с участием восьми лабораторий с использованием стандартных жидкостей, приготовленных в соответствии с приложением X1.

12.1.1.2 Пробы, отобранные в полевых условиях

Значения повторяемости результатов определения характеристики MSEP-A, полученных при испытании в режиме А на приборе Mark V для проб топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8, отобранных в полевых условиях, приведены на рисунке 10 (примечание 15).

Примечание 15 – Эти результаты получены в 1983 г. при выполнении программы совместных испытаний с участием десяти лабораторий с использованием топлив типа А (проб топлива MIL JP-5, отобранных в полевых условиях), содержащих ингибиторы коррозии топливной системы и ингибиторы обледенения. Вследствие большого количества комбинаций присадок, их концентраций пробы, отбираемые в полевых условиях, могут отличаться от тех, которые использовались для определения показателей прецизионности настоящего метода испытания, и результаты их испытаний могут выходить за пределы допустимых значений¹³⁾.

¹³⁾ Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1274.

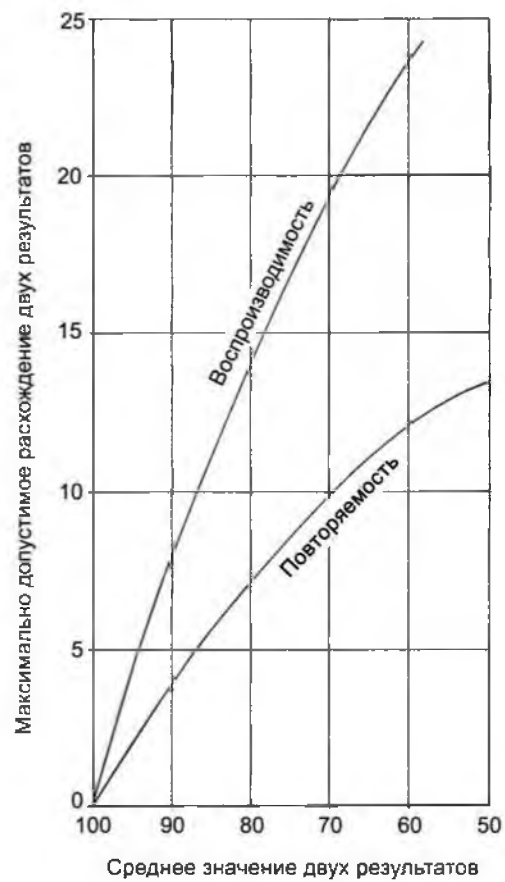


Рисунок 9 – Стандартные топлива. Испытание в режиме А. Изменение значений повторяемости и воспроизводимости результатов определения характеристики MSEP-A для стандартных топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8, содержащих диспергирующий агент

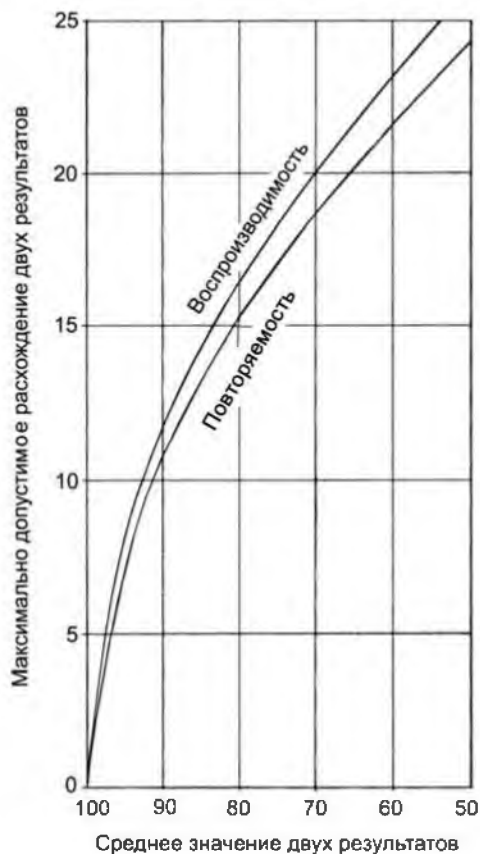


Рисунок 10 – Пробы, отобранные в полевых условиях. Испытание в режиме А. Изменение значений повторяемости и воспроизводимости результатов определения характеристики MSEP-A для проб топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8, отобранных в полевых условиях

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами определения характеристики MSEP-A, полученными разными операторами при работе на разных приборах в одном месте на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже (примечание 13).

12.1.2.1 Стандартные топлива

Воспроизводимость результатов определения характеристики MSEP-A для стандартных топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8 приведена на рисунке 9 (примечание 13).

12.1.2.2 Пробы, отобранные в полевых условиях

Воспроизводимость результатов определения характеристики MSEP-A, полученных при проведении испытания в режиме А на приборах Mark V для проб топлив Jet A, Jet A-1, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8, отобранных в полевых условиях, приведена на рисунке 10 (примечание 14).

12.2 Значения характеристики MSEP-B, полученные при испытании в режиме В, имеют показатели прецизионности, определенные при испытании проб идентичного испытуемого топлива десятью операторами на десяти приборах в одном месте, приведенные ниже.

12.2.1 Повторяемость

Расхождение между двумя последовательными результатами определения характеристики MSEP-B, полученными одним и тем же оператором на одном и том же микросепарометре при одинаковых условиях испытания на испытуемом продукте MIL JP-4 в течение продолжительного периода времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже (примечание 13).

12.2.1.1 Стандартные топлива

Повторяемость результатов определения характеристики MSEP-B для стандартного топлива MIL JP-4 равна 9 (максимальное расхождение результатов двух последовательных измерений, полученное одним и тем же оператором на одном и том же приборе) (примечание 16).

12.2.1.2 Пробы, отобранные в полевых условиях

Повторяемость результатов определения характеристики MSEP-B для проб топлива MIL JP-4, отобранных в полевых условиях, равна 16 (максимальное расхождение результатов двух последовательных измерений, полученное одним и тем же оператором на одном и том же приборе) (примечание 17).

12.2.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами определения характеристики MSEP-B, полученными разными операторами при работе на разных приборах в одном месте на испытуемом топливе MIL JP-4 в течение длительного промежутка времени при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже (примечание 10).

12.2.2.1 Стандартные топлива

Воспроизводимость результатов определения характеристики MSEP-B для стандартного топлива MIL JP-4 равна 10 (максимальное расхождение результатов двух измерений, полученное двумя разными операторами на идентичном испытуемом топливе с использованием двух различных приборов в одной и той же лаборатории) (примечание 16).

12.2.2.2 Пробы, отобранные в полевых условиях

Воспроизводимость результатов определения характеристики MSEP-B для проб топлива MIL JP-4, отобранных в полевых условиях, равна 19 (максимальное расхождение результатов двух измерений, полученное двумя различными операторами на идентичном испытуемом топливе с использованием двух различных приборов в одной и той же лаборатории) (примечание 17).

Примечание 16 – Указанные показатели прецизионности получены в 1983 г. при выполнении программы совместных испытаний с участием десяти лабораторий с использованием в качестве стандартного топлива MIL JP-4, приготовленного в соответствии с приложением X.1.

Примечание 17 – Указанные показатели прецизионности получены в 1983 г. при выполнении программы совместных испытаний с участием десяти лабораторий с использованием проб топлива MIL JP-4, отобранных в полевых условиях, содержащих ингибиторы коррозии и ингибиторы образования льда. Топлива не содержали значительных количеств присадки для снятия статического электричества (SDA). Вследствие большого количества комбинаций присадок, их концентраций пробы, отбираемые в полевых условиях, могут отличаться от тех, которые использовались для определения показателей прецизионности настоящего метода испытания, и результаты их испытаний могут выходить за пределы допускаемых значений.

12.3 Смещение метода

Для настоящего метода испытания смещение не установлено, поскольку характеристика MSEP определяется только в условиях настоящего метода.

Приложения (справочные)

Х.1 Подготовка основы стандартной жидкости

Х.1.1 Область применения

Х.1.1.1 В настоящем приложении описана процедура приготовления в течение 8-часового дня 20 л (5 галлонов) основы стандартной жидкости. При применении настоящей процедуры получают фильтрат со значением характеристики MSEP, равным 100.

Х.1.2 Сущность метода

Х.1.2.1 Топливо при постоянной скорости пропускают через колонку, заполненную свежей гранулированной глиной, и собирают в чистом приемнике-накопителе. Используют топливо Jet A, Jet A-1 или Jet B, соответствующее требованиям ASTM D1655, содержание ароматических веществ в котором должно быть в пределах 10 – 20 об. %. В качестве стандартного топлива также могут применяться топлива MIL JP-4, MIL JP-5, MIL JP-7 и MIL JP-8. Для получения значения характеристики MSEP стандартного топлива не менее 99 и значений характеристики MSEP для топлив, содержащих диспергирующий агент (АОТ), приведенных в таблицах 3 – 5, может потребоваться проведение дополнительной обработки, например промывки водой после пропускания топлива через соляной пласт перед очисткой глиной.

Х.1.3 Аппаратура

Х.1.3.1 Стеклоянная колонка со впаянным крупнопористым фритованным стеклянным диском вблизи нижнего конца и дозирующим краном из тефлон-фторуглерода диаметром 4 мм на конце. Внутренний диаметр колонки составляет 55 – 65 мм, а ее высота над фритованным диском должна быть не менее 1 м.

Х.1.3.2 Сифон, представляющий собой стеклянную трубку с наружным диаметром от 5 до 10 мм с коленами, находящимися на расстоянии 100 – 150 мм друг от друга. Всасывающее колено должно быть длиной 380 – 400 мм и доставать до дна емкости с топливом. Другое колено должно быть на 50 – 100 мм длиннее.

Х.1.3.3 Контейнер для подачи топлива, представляющий собой емкость прямоугольной или цилиндрической формы вместимостью 20 л (5 галлонов).

Х.1.3.4 Контейнер-приемник, представляющий собой новую емкость с эпоксидным покрытием вместимостью 20 л (5 галлонов) или бывшую в употребление емкость, которая использовалась только для отфильтрованного с применением глины топлива. Пластмассовые емкости не применяют.

Х.1.3.5 Воронка с выпускным отверстием диаметром 10 – 20 мм.

Х.1.3.6 Мерный цилиндр вместимостью 0,5 – 1 л.

Х.1.3.7 Мерный цилиндр вместимостью 50 – 100 мл.

Х.1.3.8 Стакан лабораторный вместимостью 2 л.

Х.1.4 Материалы

Х.1.4.1 Аттапульгированная глина с частицами размером 30/60 меш (обоженная) или эквивалентная. Глину хранят в месте, защищенном от атмосферной влаги, и обращаются с ней так, чтобы не вызвать сегрегации частиц.

Х.1.4.2 Стекловата.

Х.1.4.3 Изопропиловый спирт (90 %).

Х.1.4.4 Толуол в бутылке с пульверизатором. (**Предупреждение** – Воспламеняющаяся жидкость. Пары ядовиты.)

Х.1.4.5 Вода (предпочтительно дистиллированная).

Х.1.4.6 Соль каменная или эквивалентная.

Х.1.5 Подготовка оборудования

Х.1.5.1 Колонку устанавливают вертикально.

Х.1.5.2 Мерным цилиндром отмеряют приблизительно 500 мл глины, осторожно постукивая, чтобы глина осела.

Х.1.5.3 В верхнюю часть колонки помещают воронку (ее выпускное отверстие должно располагаться по центру колонки). Быстро высыпая глину в воронку так, чтобы глина попадала в центр колонки. Снимают воронку и осторожно постукивают по колонке со всех сторон для оседания глины и выравнивания ее слоя. Сверху на слой наполнителя осторожно помещают тампон из стекловаты.

X1.5.3.1 Если требуется промывка топлива водой, на тампон из стекловаты помещают слой соли толщиной 12,5 – 15,0 мм (0,5 – 0,6 дюймов), а затем на слой соли – еще один тампон из стекловаты.

X.1.6 Процедура фильтрования

X.1.6.1 Располагают заполненную топливом емкость вместимостью 20 л (5 галлонов) таким образом, чтобы край ее отверстия находился на одном уровне с верхним концом колонки. Снимают крышку и вставляют короткое колено сифона в емкость, а длинное колено – в колонку.

X.1.6.2 Под колонку помещают лабораторный стакан вместимостью 2 л.

X.1.6.3 Необходимо убедиться, что кран колонки полностью открыт. Чтобы сифон начал работать, в емкости создают небольшое давление воздуха. Слой стекловаты должен предотвращать нарушение слоя глины во время запуска.

Примечание X.1.1 – В подготовленной соответствующим образом колонке уровень топлива будет опускаться практически в горизонтальной плоскости; из глины не должны выделяться пузырьки. Если фронт продвигающегося топлива расположен под углом 45° или выделяется много пузырьков, фильтрование выполняется неправильно.

X.1.6.4 Когда топливо начнет вытекать из колонки, регулировочным винтом настраивают скорость вытекания топлива из отверстия крана на значение 50 – 60 мл/мин. Скорость контролируют с помощью маленького мерного цилиндра через интервалы 1 – 2 мин.

X.1.6.5 После сбора не менее 1 л топлива закрывают кран, не нарушая настройки регулировочного винта. Убирают лабораторный стакан и устанавливают емкость-приемник вместимостью 20 л (5 галлонов) под колонкой таким образом, чтобы выводная трубка колонки была погружена в отверстие на глубину приблизительно 10 мм. Открывают кран. Отверстие защищают от загрязнений.

Примечание X.1.2 – Если происходит просачивание горючего топлива, между выпускной трубкой колонки и отверстием приемника помещают алюминиевую фольгу, заземляют приемник и продувают его сухим азотом перед подачей в него топлива. Желательно продуть приемник перед проведением процедуры по X.1.6.3.

X.1.6.6 Фильтрат в лабораторном стакане выливают в емкость с топливом для повторного использования или сливают в отходы.

X.1.6.7 Когда уровень топлива в колонке приблизится к верхнему уровню слоя глины, кран закрывают, убирают емкость и закрывают ее крышкой.

X.1.6.8 После длительного хранения емкость продувают сухим азотом.

Примечание X.1.3 – При заданной скорости потока фильтрование топлива из емкости вместимостью 20 л (5 галлонов) завершается через 6 – 6,5 ч.

X.1.7 Очистка колонки

X.1.7.1 Выливают содержимое из колонки.

X.1.7.2 Снимают колонку, полностью открывают кран, располагая колонку над емкостью для твердых отходов, удаляют глину.

X.1.7.3 Колонку переворачивают над емкостью для жидких отходов и наполняют спиртом из бутылки с пульверизатором. Наклоняют и поворачивают колонку, чтобы промыть всю поверхность диска и внутренних стенок колонки. Когда смыты все остатки глины, разбирают запорный кран и промывают его компоненты, высушивают их и снова собирают, затем сушат кран в собранном виде.

X.1.7.4 Если колонка очистилась не полностью, ее тщательно промывают сначала горячей водой, затем дистиллированной водой. Затем колонку переворачивают и очищают в соответствии с X.1.7.3 сначала спиртом, а затем ацетоном и высушивают продуванием. Проведение дополнительной очистки требуется редко.

X.1.8 Промывание водой базового топлива

X.1.8.1 Область применения

X.1.8.1.1 Иногда возникает необходимость в проведении дополнительной обработки базового топлива для предотвращения взаимодействия между диспергирующим агентом (АОТ) и присадками к топливу, которые не удаляются при обработке глиной. Данная дополнительная обработка требуется, как правило, для топлив, содержащих ингибиторы образования льда.

X.1.8.2 Сущность метода

X.1.8.2.1 Смешивают определенное количество воды с базовым топливом, смеси дают отстояться до разделения слоев. Затем воду удаляют и топливо обрабатывают в соответствии с X.1.6.

Х.1.9 Процедура

Х.1.9.1 К 0,95 л (1 кварта) воды (Х.1.4) добавляют 19 л (5 галлонов) базового топлива и тщательно перемешивают.

Х.1.9.2 Смеси в емкости дают отстояться определенное время для полного осаждения воды на дне емкости.

Х.1.9.3 Воду удаляют со дна емкости с помощью насоса, пипетки или другими имеющимися средствами.

Х.1.9.4 Повторяют при необходимости процедуры в соответствии с Х.1.9.1 – Х.1.9.3 для удаления всех водорастворимых веществ и проводят процесс фильтрования.

Х.1.9.5 Проводят процесс фильтрования, описанный в Х.1.6, используя фильтрующие средства, приготовленные по Х.1.5.3.1.

Х.2 Метод отбора проб

Х.2.1 Для проведения каждого испытания, в процессе которого определяют присутствие следовых количеств примесных компонентов, необходимо предпринимать меры по обеспечению использования при испытании представительной для данного продукта пробы. При проведении сличительных испытаний по определению показателей прецизионности настоящего метода было установлено, что промывание контейнера для проб является наиболее важной процедурой. Установлено, что следовые количества поверхностно-активных веществ, присутствующих в авиационных турбинных топливах, могут абсорбироваться на металлических поверхностях или десорбироваться с них. Рекомендации по отбору проб, испытываемых на сепарометре, приведены ниже, при этом необходимо обеспечивать отбор представительных проб. Можно использовать любой другой аналогичный метод отбора проб. Настоящий метод отбора проб приведен только в качестве рекомендуемого руководства.

Х.2.2 Контейнер для пробы

Контейнер для пробы должен представлять собой абсолютно чистую металлическую емкость, предпочтительно с эпоксидным покрытием. Вместимость контейнера зависит от требуемого количества повторных испытаний. Также могут использоваться контейнеры, рекомендуемые в соответствии с ASTM D4306 для определения характеристики MSEP, после их промывания в соответствии с указаниями, приведенными ниже в примечании.

Приложение Х.2.1 – Новые металлические контейнеры без эпоксидного покрытия иногда имеют остатки смазочных масел, содержащих поверхностно-активные вещества, или расплава припоя, которые могут влиять на результаты определения характеристики MSEP. Контейнеры с эпоксидным покрытием также могут содержать остатки смазки для пресс-форм или аналогичные остаточные продукты, которые также могут влиять на результат определения характеристики MSEP. Данные контейнеры обычно можно очистить путем трехкратного промывания испытываемым топливом перед отбором пробы для испытания. Предварительно контейнер для пробы рекомендуется наполнить топливом, отфильтрованным через мембранный фильтр толщиной не менее 0,8 мкм, такого же типа, как и топливо, из которого будет отбираться проба, и дать ему отстояться в течение не менее 24 ч. Топливо затем выливают и перед отбором пробы для испытания контейнер промывают испытываемым топливом.

Х.2.2.1 Место отбора пробы

Пробу топлива отбирают из струи топлива на уровне, наиболее удаленном от слоя воды в резервуаре.

Х.2.2.2 Линия отбора проб

Линия отбора пробы представляет собой короткую трубку диаметром 6.4 – 12.7 мм (1/4 – 1/2 дюйма), направленную открытым концом к движущейся струе. Другой (наружный) конец трубки должен быть оснащен подходящим запорным вентилем, обеспечивающим слив. Установлено, что при турбулентном потоке топлива расположение кранов для отбора пробы вровень со стенкой трубопровода является приемлемым.

Х.2.2.3 Отбор пробы

Ополаскивают трубку для отбора пробы испытываемым топливом в количестве не менее 0,95 л (1 кварта). Несколько раз открывают и закрывают запорный вентиль для слива пробы. Промывают контейнер для пробы три раза, используя порции испытываемого топлива объемом не менее 0,95 л (для контейнеров вместимостью 1 галлон). Одновременно промывают крышку контейнера и уплотняющую прокладку (если она имеется). Отбирают пробу и закрывают контейнер крышкой.

Х.3 Корреляция значений характеристики MSEP-A, определяемой микросепарометром

Х.3.1 Введение

Х.3.1.1 Прецизионность метода с использованием микросепарометра установлена при выполнении программы совместных испытаний с участием десяти лабораторий с использованием семи смесей топлива Jet A и семи смесей топлива Jet B. Параллельно проводились испытания по методу ASTM D3602. Корреляция значений характеристики MSEP-A приведена ниже.

Х.3.1.2 Программы совместных испытаний по определению прецизионности методов по ASTM D3602 и ASTM D2550 были проведены ранее. Корреляция значений характеристики MSS со значениями характеристики WSIM, установленная при выполнении данных программ, была распространена на значения характеристики MSEP-A при использовании в качестве исходного значения характеристики MSS. Указанные корреляционные зависимости опубликованы в исследовательском отчете RR:D02-1050, который хранится в архиве штаб-квартиры ASTM International ¹⁴⁾.

Х.3.2 Прецизионность значений характеристики MSEP-A

Х.3.2.1 При испытании топлив, в которые были добавлены ингибиторы коррозии для имитации реальных условий, и аналогичных топлив, а также стандартных смесей, приготовленных в соответствии с 7.5, было установлено, что прецизионность метода с использованием микросепарометра эквивалентна прецизионности метода по ASTM D3602 с использованием сепарометра Minisonic.

Х.3.2.2 Анализ показал, что прецизионность определения характеристики MSEP-A изменяется в зависимости от ее значений, как показано на рисунке 9. Эта зависимость первоначально была установлена для метода испытания по ASTM D2550 и затем подтверждена для метода испытания по ASTM D3602.

Х.3.3 Корреляция значений характеристики MSEP-A и характеристики MSS

Х.3.3.1 Соотношение между значениями характеристики MSEP-A и характеристики MSS в зависимости от типа топлива определяется следующими формулами:

$$\begin{aligned} \text{MSEP-A (Jet A)} &= 1,276 (\text{MSS}) - 23,805. \\ \text{MSEP-A (Jet B)} &= 1,338 (\text{MSS}) - 32,366. \\ \text{MSEP-A (оба топлива)} &= 1,247 (\text{MSS}) - 22,952. \end{aligned} \quad (\text{X.3.1})$$

Х.3.4 Зависимость значения характеристики MSEP-A от типа топлива

Х.3.4.1 Значения, определенные на микросепарометре для топлива Jet B выше, чем для топлива Jet A при использовании стандартного диспергирующего агента (7.3) или других типовых присадок для топлив, используемых в реальных условиях. Зависимость значений MSS, определенных по ASTM D3602, от значений WSIM показана для топлива Jet B в примечании 12 ASTM D2550. Зависимость значений MSEP-A для топлива Jet B, содержащего стандартные диспергирующие агенты, и значений MSS, определенных по ASTM D3602 и используемых в качестве стандартных, определяется по формуле

$$\text{MSEP-A (Jet B)} = 0,60 \text{ WSIM} + 40. \quad (\text{X.3.2})$$

Х.3.5 Корреляция значений характеристики MSEP-A с эксплуатационными характеристиками оборудования

Х.3.5.1 Для топливных смесей, имитирующих пробы топлив, отбираемые в полевых условиях, и содержащих ингибиторы коррозии, получают более высокие значения характеристики MSEP-A, чем для смесей с другими присадками, включая стандартные диспергирующие агенты.

Х.3.5.2 В примечании 9 ASTM D3602 дана ссылка на исследовательский отчет RR:D02-1050 ¹⁵⁾, в котором приведена информация о взаимосвязи значений характеристики MSS топлива с фактическими эксплуатационными характеристиками наземного оборудования. Так как значения характеристики MSEP-A в основном эквивалентны значениям характеристики MSS, то данный отчет, хранящийся в архиве штаб-квартиры ASTM International, также отражает взаимосвязь значений характеристики MSEP-A с эксплуатационными характеристиками оборудования.

¹⁴⁾ Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1050.

¹⁵⁾ Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1050.

Ответственный за выпуск *Т. В. Варивончик*

Сдано в набор 18.02.2015. Подписано в печать 06.03.2015. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,90 Уч.-изд. л. 1,74 Тираж 2 экз. Заказ 216

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.