

Нефтепродукты
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ТЕКУЧЕСТИ

Нафтапрадукты
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ ЦЯКУЧАСЦІ

(ASTM D 97-07, IDT)

Издание официальное

БЗ 4-2008



Госстандарт
Минск

Ключевые слова: нефтепродукты, температура текучести, температура застывания, метод определения

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 28 апреля 2008 г. № 21

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 97-07 Standard Test Methods for Pour Point of Petroleum Products (Стандартный метод определения температуры текучести нефтепродуктов).

ASTM D 97-07 разработан комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.07 по реологическим свойствам топлив и масел.

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

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВЗАМЕН СТБ 1557-2005

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 Аппаратура..... | 2 |
| 7 Реактивы..... | 4 |
| 8 Проведение испытания | 4 |
| 9 Обработка результатов и протокол испытания | 6 |
| 10 Точность и отклонение метода | 6 |
| Приложение (справочное) | 8 |

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

**Нефтепродукты
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ТЕКУЧЕСТИ****Нафтапрадукты
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ ЦЯКУЧАСЦІ****Petroleum products
Method for the determination of pour point**

Дата введения 2008-11-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на все виды нефтепродуктов¹⁾. Процедура, применяемая при испытании темных нефтяных масел, цилиндрических масел и недистиллятных нефтяных топлив, приведена в 8.8. Метод определения текучести остаточного топлива при заданной температуре приведен в приложении X1. Метод определения температуры помутнения, который ранее являлся частью настоящего стандарта, установлен в ASTM D 2500.

1.2 Настоящий стандарт не предусматривает определения температуры текучести с использованием автоматической аппаратуры.

1.3 Существует несколько стандартных методов испытания ASTM, устанавливающих альтернативные процедуры определения температуры текучести с использованием автоматической аппаратуры. При использовании автоматического оборудования в протоколе вместе с результатами испытания следует указывать обозначение стандарта ASTM, в соответствии с которым проводилось определение. Метод определения температуры текучести сырой нефти установлен в ASTM D 5853.

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 ASTM²⁾:

ASTM D 117 Стандартное руководство по отбору проб, методы испытаний и технические требования к электроизоляционным нефтяным маслам

ASTM D 396 Технические требования к топочному мазуту

ASTM D 1659 Стандартный метод определения температуры максимальной текучести остаточных нефтяных топлив³⁾

ASTM D 2500 Стандартный метод определения температуры помутнения нефтепродуктов

ASTM D 3245 Стандартный метод определения способности к перекачиванию промышленных нефтяных топлив

ASTM D 5853 Стандартный метод определения температуры текучести сырой нефти

ASTM D 6300 Стандартное руководство по определению показателей точности и отклонения методов испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов

ASTM E 1 Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам

2.2 Стандарты Института энергии:

Технические требования к стандартным термометрам IP⁴⁾

¹⁾ Основные положения настоящего метода испытания и значение метода применительно к электроизоляционным минеральным маслам приведены в ASTM D 117.

²⁾ 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.

³⁾ Отменен.

⁴⁾ Методы анализа и испытания, *Стандарты IP на нефть и нефтепродукты*, часть I, том 2.

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 темное нефтяное масло (black oil): Смазочный материал, содержащий битумные вещества. Темные нефтяные масла применяют для оборудования большой мощности, используемого, например, при разработке карьеров и добыче полезных ископаемых, где требуются масла с повышенной смазывающей способностью.

3.1.2 цилиндрическое масло (cylinder stock): Смазочный материал для отдельно смазываемых цилиндров двигателя, например цилиндров паровых машин и воздушных компрессоров. Цилиндрическое масло также используется для смазывания клапанов и других деталей в месте расположения цилиндров.

3.1.3 температура текучести нефтепродуктов (pour point in petroleum products): Наиболее низкая температура, при которой наблюдается движение испытываемой пробы в условиях испытания.

3.1.4 остаточное топливо (residual fuel): Жидкое топливо, содержащее остаток от перегонки или термического крекинга сырой нефти; иногда называется тяжелым нефтяным топливом.

3.1.4.1 К остаточным топливам относятся топочные мазуты классов 4, 5 и 6 по ASTM D 396.

4 Сущность метода

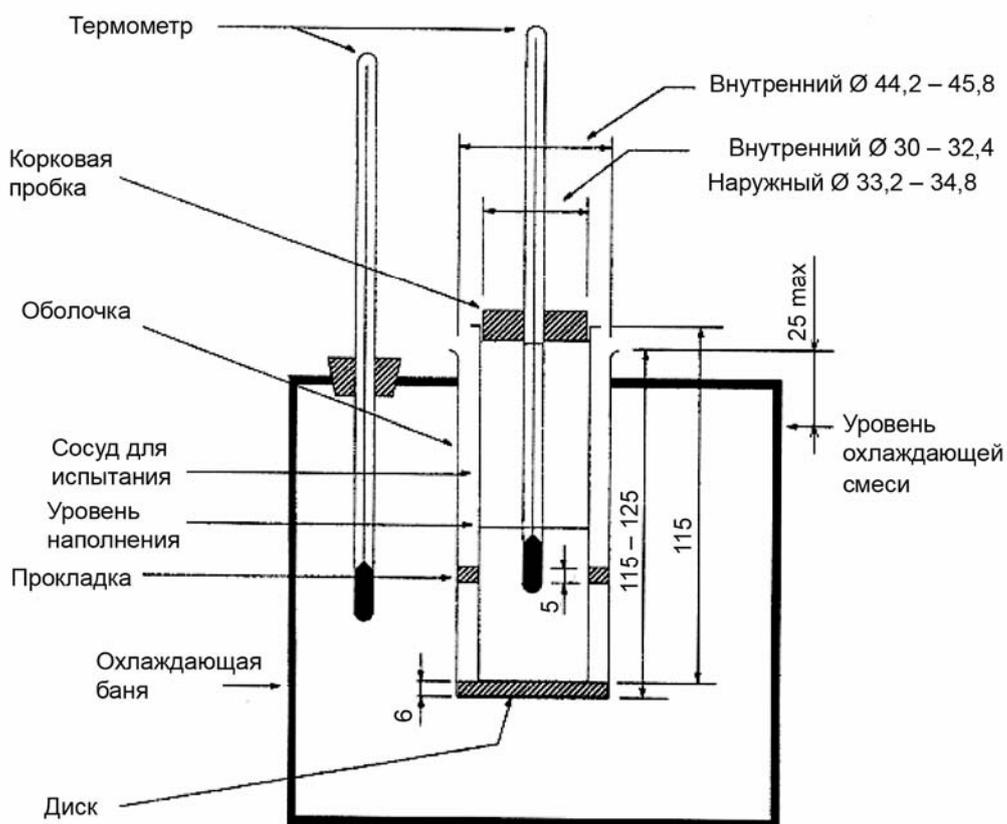
4.1 После предварительного нагревания пробу испытываемого нефтепродукта охлаждают с определенной скоростью и через каждые 3 °С проверяют ее на состояние подвижности. Наиболее низкая температура, при которой еще наблюдается движение пробы, считается температурой текучести.

5 Значение и применение метода

5.1 Температура текучести нефтепродукта является показателем наиболее низкой температуры, при которой сохраняются его полезные свойства для определенных целей.

6 Аппаратура

6.1 Испытательный сосуд цилиндрический плоскодонный из бесцветного стекла с наружным диаметром от 33,2 до 34,8 мм и высотой от 115 до 125 мм. Внутренний диаметр сосуда может быть от 30,0 до 32,4 мм при условии, что толщина стенки будет не более 1,6 мм. На сосуд должна быть нанесена линия отметки высоты наполнения пробой на уровне (54 ± 3) мм от дна сосуда (см. рисунок 1).



Примечание – Размеры в миллиметрах.

Рисунок 1 – Аппаратура для определения температуры текучести

6.2 Термометры, имеющие указанные ниже диапазоны измерения и отвечающие техническим требованиям, установленным в ASTM E 1:

| Термометр | Диапазон температур, °C | Обозначение термометра | |
|---|----------------------------|------------------------|-----|
| | | ASTM | IP |
| Для определения высоких температур помутнения и текучести | От - 38 до + 50 | 5C | 1C |
| Для определения низких температур помутнения и текучести | От - 80 до + 20 | 6C | 2C |
| Для определения температуры плавления | От + 32 до + 127 | 61C | 63C |

6.2.1 Поскольку иногда происходит разрыв столбика жидкости термометров, который может быть не обнаружен, непосредственно перед проведением испытания термометры следует проверить и использовать только в том случае, если подтверждена точность их измерения в пределах ± 1 °C (например, по точке замерзания воды).

6.3 Корковая пробка, соответствующая по размерам сосуду для испытания, с отверстием в центре для испытательного термометра.

6.4 Муфта металлическая, цилиндрическая, влагонепроницаемая, с плоским дном, глубиной (115 ± 3) мм, с внутренним диаметром от 44,2 до 45,8 мм. Она должна располагаться вертикально в охлаждающей бане (6.7), выступать над охлаждающей средой не более чем на 25 мм и должна обеспечивать возможность ее очистки.

6.5 Диск пробковый или войлочный толщиной 6 мм, свободно лежащий внутри муфты.

6.6 Прокладка, плотно прилегающая к наружной поверхности испытательного сосуда и свободно размещаемая внутри муфты. Прокладка может быть изготовлена из резины, кожи или другого материала, достаточно эластичного, чтобы удерживаться на испытательном сосуде, и достаточно прочного, чтобы сохранять свою форму. Прокладка предназначена для предотвращения соприкосновения испытательного сосуда с муфтой.

6.7 Баня или бани, поддерживаемые при заданных температурах, снабженные приспособлением для жесткого крепления муфты в вертикальном положении. Заданная температура бани может быть достигнута при помощи встроенной системы охлаждения (при ее наличии) или охлаждающих смесей. Охлаждающие смеси, обычно используемые для снижения температур до указанных значений, приведены ниже:

| | |
|--|---|
| | Для снижения температуры до |
| Лед и вода | $(0 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$ |
| Дробленый лед и кристаллы хлорида натрия | $(\text{минус } 18 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$ |
| Дробленый лед и кристаллы хлорида кальция | $(\text{минус } 33 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$ |
| Ацетон или лигроин (см. раздел 7), охлажденный в закрытом металлическом стакане смесью льда и соли до минус $18 ^\circ\text{C}$, затем достаточным количеством твердого диоксида углерода до заданной температуры | $(\text{минус } 51 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$ |
| Ацетон или лигроин (см. раздел 7), охлажденный в закрытом металлическом стакане смесью льда и соли до минус $51 ^\circ\text{C}$, затем достаточным количеством твердого диоксида углерода до заданной температуры | $(\text{минус } 69 \pm 1,5) ^\circ\text{C}$ |

7 Реактивы

7.1 В качестве среды для охлаждающей бани используют следующие технические растворители:

7.1.1 Ацетон (**Предупреждение.** Легковоспламеняющаяся жидкость).

7.1.2 Спирт этиловый (**Предупреждение.** Легковоспламеняющаяся жидкость).

7.1.3 Спирт метиловый (**Предупреждение.** Легковоспламеняющаяся жидкость. Пары вредны).

7.1.4 Лигроин (**Предупреждение.** Горючая жидкость. Пары вредны).

7.1.5 Твердый диоксид углерода (**Предупреждение.** Очень холодный, с температурой минус $78,5 ^\circ\text{C}$).

8 Проведение испытания

8.1 Пробу наливают в испытательный сосуд до отметки уровня наполнения. При необходимости пробу нагревают в бане до достижения достаточной текучести для переноса ее в испытательный сосуд.

Примечание 1 – Установлено, что результаты определения температуры текучести некоторых продуктов после их нагревания до температуры выше $45 ^\circ\text{C}$ в течение 24 ч перед испытанием отличаются от результатов определения, полученных после выдерживания продуктов перед испытанием в течение 24 ч при комнатной температуре. Примерами продуктов, обладающими такими свойствами, являются остаточные топлива, темные нефтяные масла и цилиндрические масла.

8.1.1 Пробы остаточных топлив, темных нефтяных масел и цилиндрических масел, которые в течение последних 24 ч нагревали до температуры, превышающей $45 ^\circ\text{C}$, или тепловые свойства которых неизвестны, перед проведением испытания выдерживают при комнатной температуре в течение 24 ч. Если оператору известно об отсутствии чувствительности продукта к нагреванию, пробы перед проведением испытания выдерживать при комнатной температуре в течение 24 ч необязательно.

8.1.2 Экспериментальные данные, подтверждающие возможность сокращения выдержки некоторых типов продуктов в течение 24 ч, содержатся в исследовательском отчете⁵⁾.

8.2 Испытательный сосуд закрывают пробкой со вставленным в нее термометром, предназначенным для определения высоких температур текучести (6.2). Если температура текучести выше $36 ^\circ\text{C}$, используют термометр с диапазоном измерения более высоких температур, например термометры 63C IP или 61C ASTM. Положение пробки и термометра регулируют так, чтобы пробка плотно закрывала сосуд, термометр располагался с сосудом на одной оси и резервуар термометра был погружен так, чтобы начало капилляра термометра находилось на 3 мм ниже поверхности пробы.

⁵⁾ Подтверждающие данные имеются в наличии в штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1377.

8.3 Для измерения температуры текучести пробу в испытательном сосуде подготавливают следующим образом:

8.3.1 Пробы с температурой текучести выше минус 33 °С

Пробу, не перемешивая, нагревают до температуры, превышающей на 9 °С предполагаемую температуру текучести, но не ниже чем до 45 °С, в бане, поддерживаемой при температуре, превышающей на 12 °С предполагаемую температуру текучести, но не ниже чем при 48 °С. Испытательный сосуд переносят в баню, поддерживаемую при температуре (24 ± 1,5) °С, и начинают определение температуры текучести. При использовании жидкостной бани следует убедиться в том, что уровень жидкости в ней находится между отметкой уровня наполнения на испытательном сосуде и верхней частью испытательного сосуда.

8.3.2 Пробы с температурой текучести минус 33 °С и ниже

Пробу, не перемешивая, нагревают не ниже чем до 45 °С в бане, поддерживаемой при температуре (48 ± 1,5) °С. Испытательный сосуд переносят в баню, поддерживаемую при температуре (24 ± 1,5) °С. При использовании жидкостной бани следует убедиться в том, что уровень жидкости находится между отметкой уровня наполнения на испытательном сосуде и верхней частью испытательного сосуда. Когда температура пробы достигает 27 °С, извлекают термометр для определения высоких температур помутнения и текучести и помещают термометр для определения низких температур помутнения и текучести. Испытательный сосуд переносят в охлаждающую баню (см. 8.6.1).

8.4 Следят за тем, чтобы диск, прокладка и внутренняя поверхность муфты были чистыми и сухими. Диск помещают на дно муфты. На испытательный сосуд надевают кольцеобразную прокладку на расстоянии 25 мм от дна сосуда. Испытательный сосуд помещают в муфту. Не допускается помещать испытательный сосуд непосредственно в охлаждающую среду.

8.5 Если при охлаждении пробы образовались кристаллы твердого парафина, следует принять меры по предотвращению воздействия на массу пробы и не допускать смещения термометра в пробе; любое воздействие на рыхлую структуру кристаллов парафина может привести к заниженным и ошибочным результатам.

8.6 Температуру текучести выражают в целых положительных или отрицательных числах, кратных 3 °С. Внешний вид пробы начинают контролировать при температуре, на 9 °С превышающей предполагаемую температуру текучести (значение которой кратно 3 °С). При каждом показании термометра ниже начальной температуры и кратном 3 °С испытательный сосуд вынимают из муфты. Поверхность сосуда вытирают чистой тканью, смоченной спиртом (этиловым или метиловым), для удаления влаги, которая ограничивает видимость. Сосуд наклоняют под углом, достаточным для обнаружения движения пробы в испытательном сосуде. Если отмечено движение пробы в испытательном сосуде, то его сразу же возвращают в муфту и повторяют определение подвижности при следующем значении температуры, которое на 3 °С ниже предыдущего. Проведение всех операций (извлечение сосуда, вытирание его поверхности и возвращение в муфту) должно занимать не более 3 с.

8.6.1 Если проба не потеряла текучесть при достижении температуры 27 °С, испытательный сосуд переносят в муфту охлаждающей бани, поддерживаемой при (0 ± 1,5) °С. По мере охлаждения пробы испытательный сосуд переносят в муфту бани с более низкой температурой в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 – Диапазон температур для бани и пробы

| Баня | Температура, поддерживаемая в бане, °С | Диапазон температур пробы, °С |
|------|--|-------------------------------|
| 1 | 0 ± 1,5 | От начальной температуры до 9 |
| 2 | - 18 ± 1,5 | От 9 до - 6 |
| 3 | - 33 ± 1,5 | От - 6 до - 24 |
| 4 | - 51 ± 1,5 | От - 24 до - 42 |
| 5 | - 69 ± 1,5 | От - 42 до - 60 |

8.6.2 Если при наклоне испытательного сосуда проба не обладает подвижностью, сосуд выдерживают в горизонтальном положении в течение 5 с, отмечая время по точному секундомеру, и внимательно рассматривают пробу. Если проба проявляет какие-либо признаки движения до истечения 5 с, испытательный сосуд сразу же помещают в муфту и повторяют определение подвижности при следующем значении температуры, которое на 3 °С ниже предыдущего.

8.7 Процедуру повторяют до достижения температуры, при которой не будет наблюдаться движение пробы при удерживании испытательного сосуда в горизонтальном положении в течение 5 с. Записывают показание термометра.

8.8 Для проб темных нефтяных масел, цилиндрического масла и недистиллятного жидкого топлива результат, полученный после выполнения процедур по 8.1 – 8.7, принимают за высшую (максимальную) температуру текучести. При необходимости определяют низшую (минимальную) температуру текучести. Для этого пробу нагревают при перемешивании до 105 °С, переносят в испытательный сосуд и определяют температуру текучести в соответствии с 8.4 – 8.7.

8.9 Некоторые технические условия предусматривают проведение испытания, критерием которого является «выдерживает – не выдерживает испытание», или устанавливают требования к предельным значениям температуры текучести, не кратным 3 °С. В таких случаях определение температуры текучести допускается проводить по следующей схеме: внешний вид пробы начинают контролировать при температуре на 9 °С выше температуры текучести, установленной в технических условиях. Продолжают проведение определения, осматривая пробу через каждые 3 °С, как описано в 8.6 и 8.7, пока не будет достигнута температура, указанная в технических условиях. В протоколе испытания указывают, выдерживает или не выдерживает проба испытание на соответствие значению температуры текучести, установленному в технических условиях.

9 Обработка результатов и протокол испытания

9.1 К температуре, зарегистрированной при выполнении 8.7, прибавляют 3 °С и записывают результат в протокол испытаний как температуру текучести со ссылкой на настоящий стандарт. Для темных нефтяных масел и аналогичных нефтепродуктов к температуре, зарегистрированной при выполнении 8.7, прибавляют 3 °С и записывают результат в протокол испытания как высшую или низшую температуру текучести со ссылкой на настоящий стандарт.

10 Точность и отклонение метода

10.1 Точность

Точность настоящего метода испытания определена в результате статистической обработки межлабораторных результатов испытаний следующим образом.

10.1.1 Смазочные масла⁶⁾:

10.1.1.1 Сходимость

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение 6 °С. При более высоких расхождениях результаты испытания следует считать недостоверными.

10.1.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение 9 °С. При более высоких расхождениях результаты испытания следует считать недостоверными.

10.1.1.3 Показатели точности⁶⁾ получены в результате выполнения программы межлабораторных исследований в 1998 г. с использованием ASTM D 6300. Участники данной программы исследовали в двух повторениях пять групп базовых масел, три группы универсальных смазочных масел и по одной группе каждого смазочного масла для гидравлических систем и жидкости для автоматической трансмиссии в диапазоне температур от минус 51 °С до минус 11 °С. Семь лабораторий принимали участие в исследованиях, проводя испытания с использованием ручной аппаратуры. Информация о типах продуктов и средних значениях их температур текучести приведена в исследовательском отчете RR:D02-1499.⁶⁾

Примечание 2 – Показателями точности являются рассчитанные значения, округленные до значения, кратного 3 °С. Действительные значения показателей точности приведены в таблице X2.1.

⁶⁾ Подтверждающие материалы (результаты программы совместных межлабораторных испытаний 1998 г.) хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1499.

10.1.2 Средние дистиллятные и остаточные топлива⁷⁾:**10.1.2.1 Сходимость**

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение 3 °С. При более высоких расхождениях результаты испытания следует считать недостоверными.

10.1.2.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значение 9 °С. При более высоких расхождениях результаты испытания следует считать недостоверными.

10.1.2.3 Показатели точности⁷⁾ получены на основании результатов испытаний шестнадцати средних дистиллятных и остаточных топлив, испытанных двенадцатью участниками совместной программы. Температуры текучести топлив находились в диапазоне от минус 33 °С до плюс 51 °С.

Примечание 3 – Показателями точности являются рассчитанные значения, округленные до значения, кратного 3 °С. Действительные значения показателей точности приведены в таблице X2.1.

10.2 Отклонение

Отклонение настоящего метода испытания не может быть установлено из-за отсутствия критерия определения отклонения для испытуемых по данному методу продуктов.

⁷⁾ Показатели точности основаны на результатах программы совместных межлабораторных испытаний 1983 г.

Приложение (справочное)

X1 Определение текучести остаточного нефтяного топлива при заданной температуре

X1.1 Общие положения

X1.1.1 Текучесть остаточных топлив при низких температурах зависит от условий хранения и обращения с ними. Поэтому данное свойство может характеризоваться температурой текучести неточно. Температура текучести не характеризует свойства топлив, которые подвергаются значительному давлению, например, при сливе самотеком из резервуара-хранилища или перекачивании по трубопроводу. Неподвижность при температуре текучести обычно связана с выделением парафина из топлива; однако в случае высоковязких нефтяных топлив она также может быть обусловлена вязкостью. Кроме того, на температуру текучести остаточных топлив оказывает влияние предшествующее воздействие температур. Слабосвязанная структура парафина, образующаяся при охлаждении топлива, может быть разрушена под воздействием относительно небольшого давления.

X1.1.2 Вопрос о целесообразности определения температуры текучести остаточных топлив остается открытым, и температура текучести не всегда является предельной температурой, при которой топливо сохраняет подвижность. Определение поведения остаточного топлива при его перемещении имеет важное значение, поэтому из-за технических ограничений настоящего метода определения температуры текучести тяжелых остаточных топлив разработаны различные методы определения способности к перекачиванию. Одним из таких методов является метод, установленный в ASTM D 3245. Однако большинство альтернативных методов, как правило, являются очень трудоемкими и не находят широкого применения для повседневных определений. Один из методов, относительно быстрый и простой для выполнения, имеющий ограниченное применение в качестве метода испытания по принципу «выдерживает – не выдерживает испытание», основан на методе, изложенном в приложении ASTM D 1659-65. Данный метод приведен ниже.

X1.2 Область применения

X1.2.1 В настоящем приложении установлен метод определения текучести остаточных нефтяных топлив при заданной температуре непосредственно после отбора пробы.

X1.3 Определение

X1.3.1 текучесть при заданной температуре (fluidity temperature): При проведении испытания сразу же после отбора пробы считают, что проба «течет при температуре испытания», если она будет передвигаться на 2 мм за 1 мин в U-образной трубке под воздействием максимального разрежения 20,3 кПа (152 мм рт. ст.).

X1.4 Сущность метода

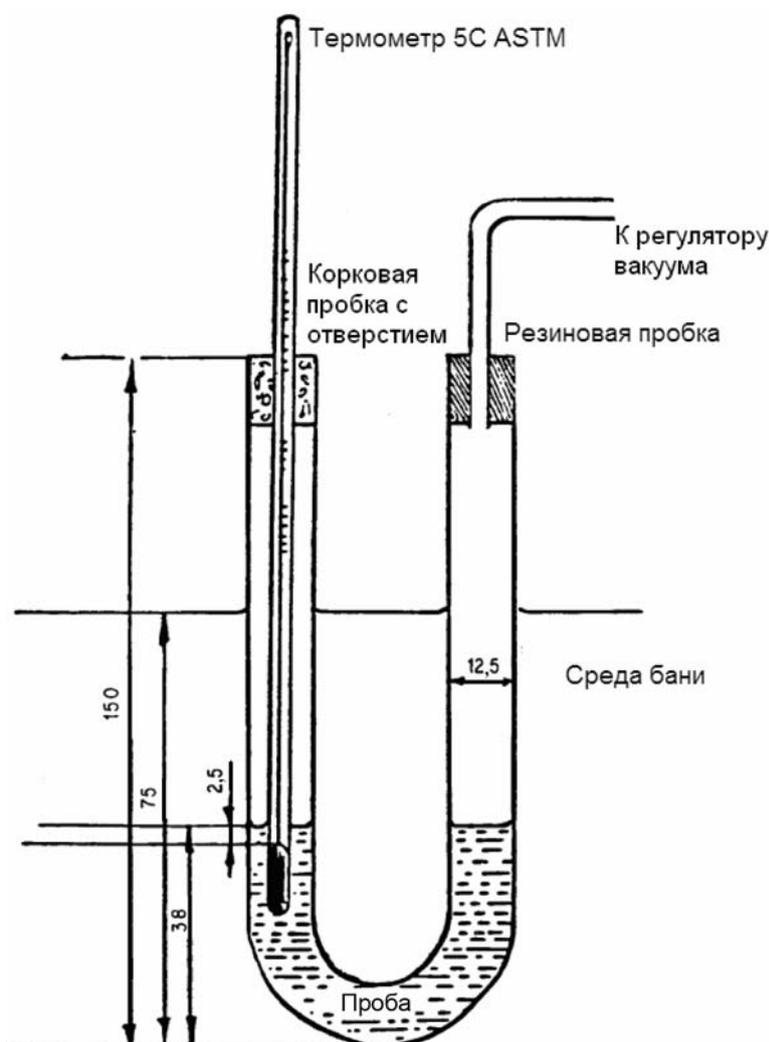
X1.4.1 Пробу топлива сразу же после отбора охлаждают при заданной температуре в течение 30 мин в стандартной U-образной трубке и контролируют ее подвижность при заданном давлении.

X1.5 Значение и применение метода

X1.5.1 Настоящий метод может использоваться в качестве метода испытания по принципу «выдерживает – не выдерживает испытание», если необходимо оценить текучесть остаточного топлива в заданных условиях непосредственно после отбора пробы. Условия испытания настоящего метода моделируют условия перекачивания, для которых предполагается, что топливо протекает по трубке диаметром 12 мм под небольшим давлением при заданной температуре. Температура текучести остаточных нефтяных топлив, аналогично температуре текучести, определяемой по методу настоящего стандарта, применяется для описания текучести при пониженных температурах. Метод, изложенный в данном приложении, отличается от метода настоящего стандарта тем, что распространяется только на остаточное топливо и проба находится под воздействием заданного давления. Проведение испытания под воздействием заданного давления отражает попытку преодолеть технические ограничения метода определения температуры текучести в условиях движения пробы самотеком. ASTM D 3245 устанавливает другой метод прогнозирования эксплуатационных свойств нефтепродуктов в условиях перемещения при пониженных температурах. Однако метод, приведенный в ASTM D 3245, имеет ограничения и может не подойти для испытания остаточных топлив с высоким содержанием парафинов, которые в охлаждающей бане застывают так быстро, что снятие показаний в условиях испытания не представляется возможным. Этот метод также является трудоемким и, следовательно, неприемлем для проведения повседневных испытаний.

Х1.6 Аппаратура

Х1.6.1 Стекланные U-образные трубки высотой 150 мм с одинаковым внутренним диаметром $(12,5 \pm 1)$ мм и радиусом кривизны 35 мм, измеренным по внешнему изгибу трубки (рисунок Х1.1).



Примечание – Размеры в миллиметрах.

Рисунок Х1.1 – Расположение U-образной трубки в испытательной бани для определения температуры текучести

Х1.6.2 Термометры с диапазоном измерения температуры от минус 38 °С до плюс 50 °С, отвечающие требованиям, установленным для термометра 5С по ASTM Е 1, которые погружают в стеклянные U-образные трубки и используют для измерения температуры в бани.

Х1.6.3 Баня для определения температуры текучести⁸⁾

Состоит из емкости, мешалки, двигателя и насоса для прокачивания охлаждающей жидкости через витки системы трубок, расположенных на дне испытательной бани и проходящей через охлаждающую баню. Поток охлаждающей жидкости через витки системы трубок можно регулировать при помощи термостата и электромагнитных клапанов. Если это оправдано объемом работы, можно использовать несколько таких бань, что позволяет проводить испытания одновременно при нескольких температурах (рисунок Х1.2).

⁸⁾ В данном методе испытания, как правило, может применяться баня для определения кинематической вязкости.

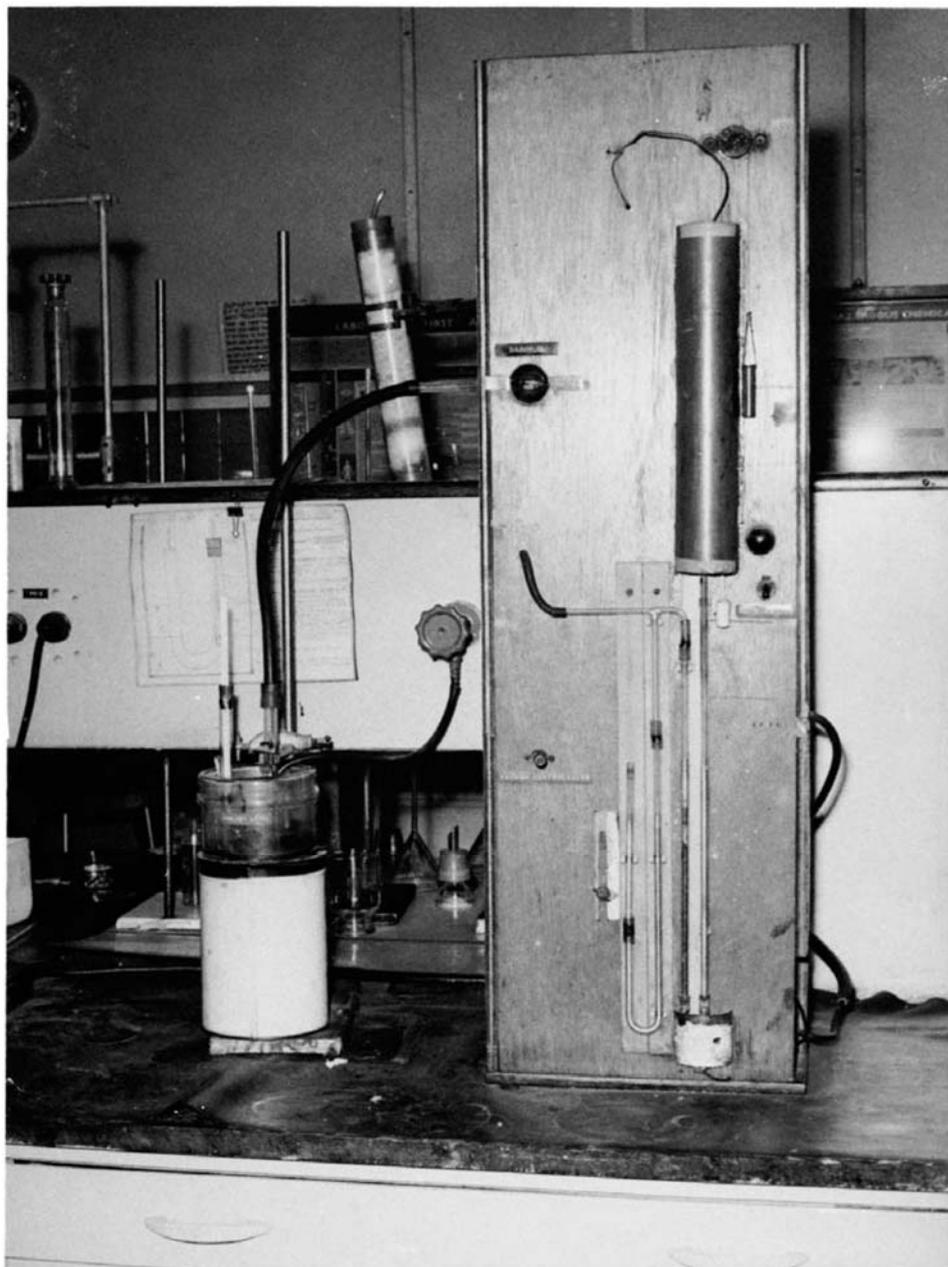
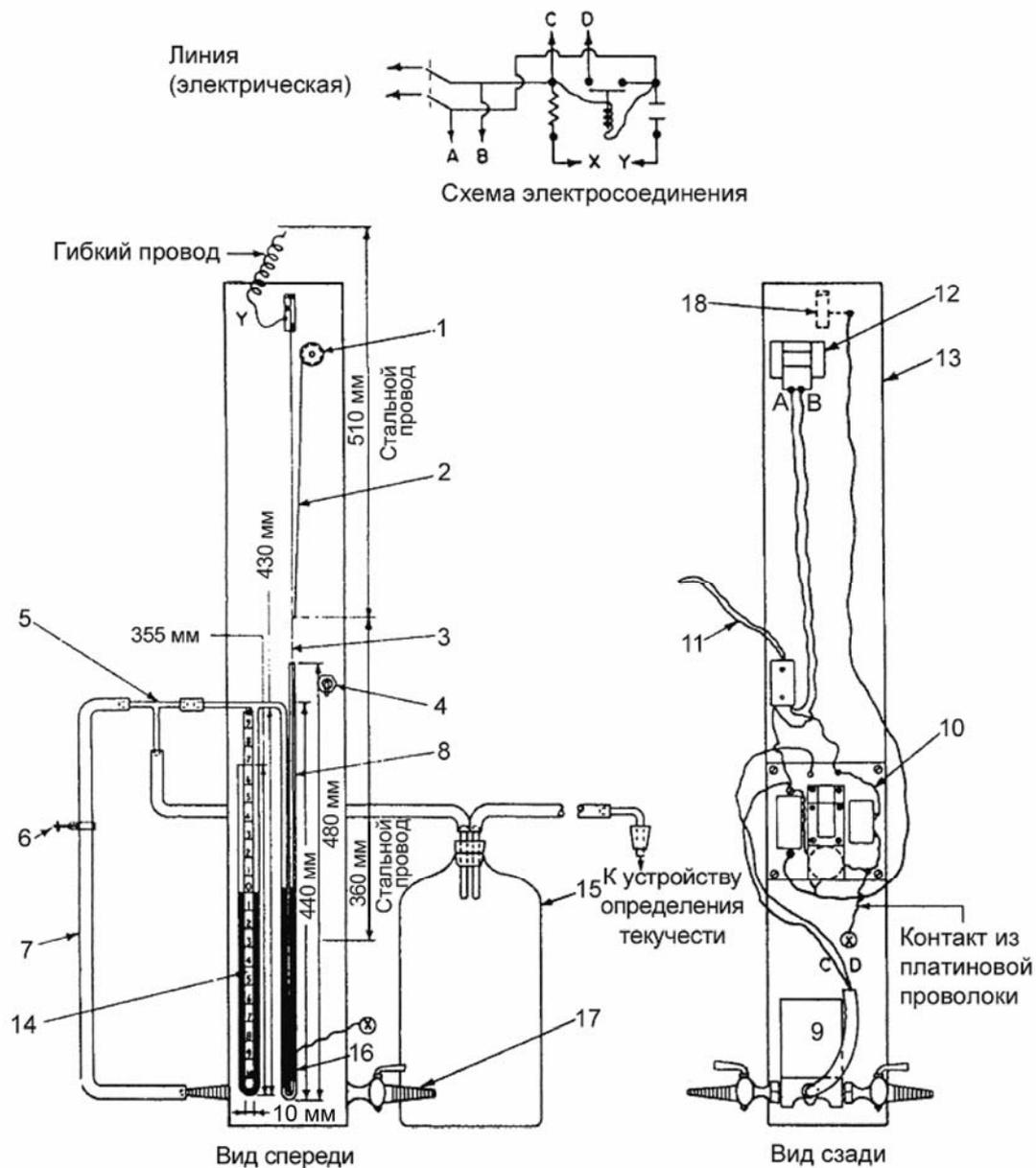


Рисунок X1.2 – Аппаратура для определения текучести

X1.6.4 Ртутный манометр с ценой деления 10 мм и отметкой на уровне 152 мм (что эквивалентно 20,3 кПа).

X1.6.5 Устройство с автоматическим регулятором вакуума⁹⁾ (приведенное на рисунках X1.3 и X1.4), увеличивающее разреженность (вакуум) у одного конца U-образной трубки с заданной скоростью 10 мм рт. ст./4 с.

⁹⁾ Это устройство может быть изготовлено в цехе. Подробная информация представлена на рисунках X1.3 и X1.4. Такое устройство также можно купить.



- | | |
|--|---|
| 1 – передняя поверхность шкива диаметром 26 мм; | 10 – электрическое реле; |
| 2 – провод; | 11 – электрический провод к источнику тока; |
| 3 – стальной стержень; | 12 – синхронный электродвигатель; |
| 4 – двухполюсный переключатель; | 13 – фанера толщиной 10 мм; |
| 5 – тройник длиной 90 мм; | 14 – шкала в миллиметрах; |
| 6 – игольчатый клапан; | 15 – бутылка вместимостью 4 л; |
| 7 – резиновая или пластиковая трубка; | 16 – капиллярная трубка из термостойкого стекла диаметром 0,5 мм; |
| 8 – трубка из термостойкого стекла диаметром 6 мм; | 17 – к вакуумному насосу; |
| 9 – электромагнитный клапан; | 18 – держатель для стержня |

Рисунок X1.3 – Устройство с автоматическим регулятором вакуума в собранном виде

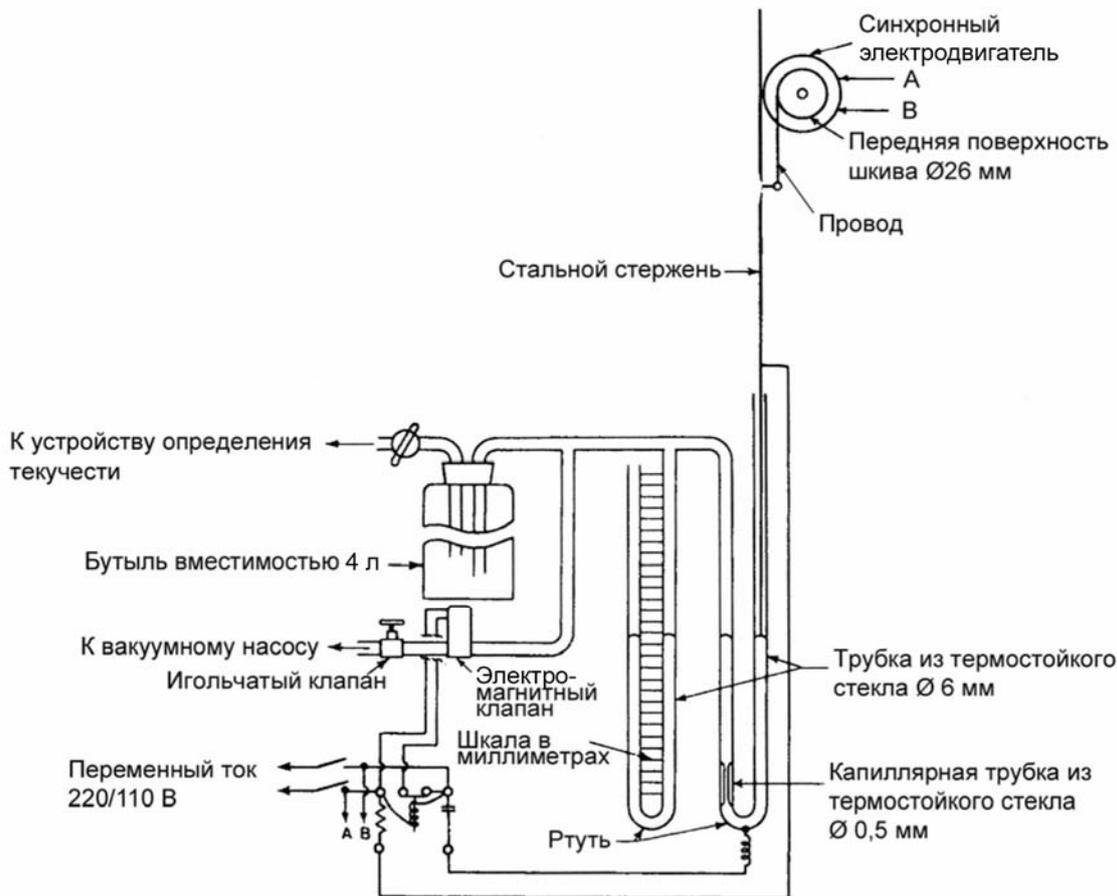


Рисунок X1.4 – Детальный чертеж автоматического вакуумного регулятора

X1.7 Подготовка аппаратуры

X1.7.1 Устройство с автоматическим регулятором вакуума настраивают следующим образом: закрывают запорный кран на трубке, соединяющей данное устройство с устройством определения текучести. Запорным краном может служить зажим Мора на резиновой трубке. Провод, соединенный со стальным стержнем, наматывают на шкив, соединенный с синхронным электродвигателем до тех пор, пока расстояние от конца стержня до нулевого уровня ртути в ртутном манометре не станет равным 15 мм. Включают питание. Провод начинает разматываться, стальной стержень при этом опускается. Когда стержень достигает поверхности ртути, срабатывает реле, открывается электромагнитный клапан в линии вакуума и начинается откачивание воздуха из системы со скоростью, регулируемой игольчатым клапаном. Игольчатый клапан регулируют таким образом, чтобы уровень ртути в манометре опускался одновременно со стержнем, что сводит количество срабатываний реле к минимуму. При правильной регулировке пульсации, вызванные открыванием и закрыванием электромагнитного клапана, не должны превышать ± 1 мм. Таким образом, давление в системе будет постепенно уменьшаться со скоростью, регулируемой опусканием стального стержня.

X1.8 Проведение испытания

X1.8.1 Пробу сразу же после отбора помещают в тщательно очищенную и высушенную стандартную U-образную трубку для определения текучести, не касаясь при этом верхних стенок трубки, в таком количестве, чтобы высота пробы в U-образной трубке по вертикали составляла 38 мм. В одно колено каждой U-образной трубки через пробку, имеющую пористую поверхность для поступления воздуха, вводят термометр 5C ASTM. Термометр должен располагаться в центре трубки и его резервуар должен быть расположен так, чтобы начало капилляра термометра находилось на 3 мм ниже поверхности пробы.

X1.8.2 Трубку устанавливают в баню, поддерживаемую при заданной температуре, погружая ее на глубину приблизительно 75 мм. Температуру бани и пробы поддерживают с погрешностью ± 1 °C и $\pm 0,5$ °C соответственно от заданной температуры испытания.

X1.8.3 Пробу выдерживают при заданной температуре в течение 30 мин \pm 30 с, при этом U-образная трубка должна быть подсоединена к устройству с автоматическим регулятором вакуума, а запорный кран или зажим Мора должны быть открыты. Провод наматывают на шкив, соединенный с синхронным электродвигателем. Переключатель поворачивают в положение «включен». Автоматически начинается всасывание в U-образной трубке с заданной скоростью. Наблюдают за движением пробы в течение 1 мин (времени, необходимом для достижения разрежения, воздействующего на пробу в U-образной трубке, равно 152 мм рт. ст.). Немедленно отсоединяют U-образную трубку от устройства с автоматическим регулятором вакуума, выключают питание и разматывают провод. Если за время всасывания (1 мин) проба сместилась на 2 мм или более, продукт считают текучим при температуре испытания.

X1.9 Протокол испытания

X1.9.1 Указывают текучесть пробы при заданной температуре в протоколе испытания следующим образом:

X1.9.1.1 Если проба удовлетворяет условиям текучести, определенным в X1.3.1, в протоколе указывают: «текучая при (температура испытания)» или «текучесть при (температура испытания): «выдерживает испытание».

X1.9.1.2 Если проба не удовлетворяет условиям текучести, определенным в X1.3.1, текучесть в протоколе указывают как: «не текучая при (температура испытания)» или «текучесть при (температура испытания): «не выдерживает испытание».

X1.10 Точность и отклонение метода

X1.10.1 Как и для всех методов по принципу «выдерживает – не выдерживает испытание», точность и отклонение данного метода определения текучести пробы остаточного топлива установить невозможно, поскольку результаты испытаний указывают только на соответствие критериям, установленным в данном методе.

X2 Действительные рассчитанные значения показателей точности

X2.1 См. таблицу X2.1.

Таблица X2.1 – Действительные рассчитанные значения показателей точности

| Доверительная вероятность 95 % | Данные исследовательской программы по смазочным маслам 1998 г., °C | Данные исследовательской программы по средним дистиллятным и остаточным топливам 1983 г., °C |
|--------------------------------|--|--|
| Сходимость | 5,3 | 2,5 |
| Воспроизводимость | 8,0 | 6,6 |

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 03.05.2008. Подписано в печать 21.05.2008. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,74 Уч.- изд. л. 0,96 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.