

Топлива авиационные

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ  
КРИСТАЛЛИЗАЦИИ (АВТОМАТИЧЕСКИЙ МЕТОД  
ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА)**

Палівы авіяцыйныя

**МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ  
КРЫШТАЛІЗАЦЫІ (АЎТАМАТЫЧНЫ МЕТАД  
ФАЗАВАГА ПЕРАХОДУ)**

(ASTM D 5972-02, IDT)

Издание официальное



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

## 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 отделом стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 17 марта 2006 г. № 13

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 5972-02 «Standard Test Method for Freezing Point of Aviation Fuels (Automatic Phase Transition Method)» (ASTM D 5972-02 «Стандартный метод определения температуры кристаллизации авиационных топлив (автоматический метод фазового перехода)»).

ASTM D 5972-02 разработан Комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.07 по свойствам текучести.

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.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры стандартов ASTM D, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на который дана ссылка, имеются в БелГИСС

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть 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 .....	.1
4 Сущность метода.....	.2
5 Значение и использование метода.....	.2
6 Аппаратура.....	.2
7 Реактивы и материалы .....	.2
8 Подготовка аппаратуры .....	.3
9 Калибровка и стандартизация.....	.3
10 Проведение испытания .....	.3
11 Протокол испытания.....	.4
12 Точность и отклонение.....	.4
Приложения (обязательные) Подробное описание установки.....	.5

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Топлива авиационные  
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ  
(АВТОМАТИЧЕСКИЙ МЕТОД ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА)

Палівы авіяцыйныя  
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ КРЫШТАЛІЗАЦЫІ  
(АЎТАМАТЫЧНЫ МЕТАД ФАЗАВАГА ПЕРАХОДУ)

Aviation Fuels.  
Method for Freezing Point (Automatic Phase Transition Method)

Дата введения 2006-10-01

## 1 Область применения

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

1.2 Настоящий метод испытания разработан для применения в диапазоне температур от минус 80 °С до 20 °С, однако межлабораторные испытания (см. 12.4) проводились Американским обществом по испытаниям и материалам (ASTM) с использованием топлив, имеющих температуру кристаллизации в диапазоне от минус 45 °С до минус 65 °С.

1.3 При применении настоящего метода для испытания проб реактивного топлива Jet B и JP4 следует проявлять соответствующую осторожность (см. 12.3).

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

1.5 Целью настоящего стандарта не является рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья и определяет необходимость использования регулирующих ограничений до его применения.

## 2 Нормативные ссылки

### 2.1 Стандарты ASTM:

ASTM D 2386 Метод определения температуры кристаллизации авиационных топлив<sup>1</sup>

## 3 Термины

### 3.1 Определения

**3.1.1 температура кристаллизации авиационных топлив:** Температура топлива, при которой образовавшиеся при охлаждении кристаллы углеводородов исчезают при повышении температуры в условиях испытания.

### 3.2 Определения терминов, установленных в настоящем стандарте

**3.2.1 метод автоматического перехода фаз:** Процедуры автоматического охлаждения пробы жидкого авиационного топлива до появления кристаллов углеводородов, последующего нагревания в контролируемых условиях и регистрации температуры, при которой кристаллы углеводородов вновь полностью переходят в жидкую фазу.

**3.2.2 устройство Пельтье:** Твердотельный термоэлектрический элемент, изготовленный из неоднородных полупроводниковых материалов, имеющих такую конструкцию, что передача тепла испытуемой пробе и от испытуемой пробы зависит от направления электрического тока, создаваемого в устройстве.

<sup>1</sup> Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 05.01.

#### 4 Сущность метода

**4.1** Пробу охлаждают со скоростью  $(15 \pm 5)$  °С/мин в устройстве Пельтье постоянно подсвечиваемым источником света. Проба находится под постоянным наблюдением системы оптических детекторов до образования первых кристаллов углеводородов. Как только они образуются, пробу нагревают со скоростью  $(10 \pm 0,5)$  °С/мин до тех пор, пока последние кристаллы углеводородов не перейдут в жидкую фазу. Для обнаружения любых кристаллов углеводородов должно быть достаточное количество детекторов. Температуру пробы, при которой последние кристаллы углеводородов переходят в жидкую фазу, записывают как температуру кристаллизации.

#### 5 Значение и использование метода

**5.1** Температура кристаллизации авиационного топлива – это самая низкая температура, при которой в топливе не содержится кристаллов углеводородов, которые могут препятствовать прохождению топлива в топливной системе самолета. Температура топлива в баке самолета обычно понижается во время полета и зависит от скорости самолета, высоты и продолжительности полета. Температура кристаллизации топлива должна быть всегда ниже минимальной температуры топлива в баке.

**5.2** Операции приготовления смесей нефтепродуктов требуют точного измерения температуры кристаллизации.

**5.3** Результаты определения, полученные при применении настоящего метода, являются эквивалентными результатам метода по ASTM D 2386 и выражаются с точностью до 0,1 °С (с более высокой точностью, чем предусмотрено методом по ASTM D 2386). Данный метод испытания по сравнению с методом ASTM D 2386 также позволяет экономить время оператору.

**5.4** Если техническими условиями предусмотрен метод испытания по ASTM D 2386, то метод настоящего стандарта или любой другой применяться не может.

#### 6 Аппаратура

**6.1** Автоматическая установка<sup>2</sup>. Установка состоит из контролируемой микропроцессором испытательной камеры, способной охлаждать, нагревать испытуемую пробу, оптически наблюдать за появлением и исчезновением кристаллов углеводородов и регистрировать температуру пробы. Подробное описание установки приведено в приложении А1.

**6.2** Установка должна быть оснащена чашкой для пробы продукта, системой оптических детекторов, источником света, цифровым индикаторным устройством, устройством Пельтье и термометром для измерения температуры пробы.

**6.3** Устройство измерения температуры должно быть способным измерять температуру испытуемой пробы в чашке в диапазоне от минус 80 °С до 20 °С с дискретностью отсчета 0,1 °С и точностью до 0,1 °С.

**6.4** Установка должна быть оснащена оборудованием, обеспечивающим циркуляцию жидкой среды с целью отвода тепла, выделяемого устройством Пельтье и другими электронными элементами установки.

**6.5** Установка должна быть оснащена оборудованием, обеспечивающим циркуляцию газа с целью продувки испытательной камеры, в которой находится чашка с пробой любой влажности.

#### 7 Реактивы и материалы

**7.1** n-октан, реактив (Предупреждение. Воспламеняется. Вреден при вдыхании. Хранить вдали от источника нагревания, возникновения искр и открытого пламени.)

<sup>2</sup> Единственным поставщиком моделей анализатора температуры кристаллизации серии 70, 70V и 70X компании Phase Technology, известным комитету в настоящее время, является компания Phase Technology, No. 135-11960 Hammersmith Way, Richmond, B.C. Canada, V7A 5C9. Все модели серий, указанных выше, имеют аналогичные испытательные камеры и электронное оборудование. Однако разные модели серий позволяют охлаждать пробу до различной температуры. Информацию, касающуюся температуры, до которой позволяют охлаждать различные модели, можно получить у изготовителя. Информацию о поставщиках аналогичной аппаратуры можно сообщить в Международные штаб-квартиры ASTM.

**7.2** Охлаждающая среда – жидккая среда для отвода тепла, образуемого устройством Пельтье и другими электронными элементами установки.

Примечание 1 – Некоторые установки сконструированы так, что предусматривают использование водопроводной воды в качестве охлаждающей среды для обеспечения температуры пробы до минус 60 °С. Для охлаждения пробы до минус 80 °С обеспечивают циркуляцию охлаждающей среды аппарата при температуре минус 30 °С или ниже. Так как вода замерзает при 0 °С, в качестве охлаждающей среды применяют технический изопропанол. Информацию о зависимости температуры охлаждающей среды и минимальной температуре пробы можно найти в инструкции изготовителя установки.

**7.3** Продувочный газ, например воздух, азот, гелий или аргон, точка росы которых ниже температуры, достигаемой пробой при условиях испытания. (Предупреждение. Газ сжат под высоким давлением.) (Предупреждение. Инертный газ при вдыхании может вызывать удушье).

**7.4** Пипетка для дозирования (0,15 ± 0,01) мл.

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

## 8 Подготовка аппаратуры

**8.1** Анализатор для работы устанавливают в соответствии с инструкциями изготовителя.

**8.2** Включают подачу жидкой охлаждающей среды и обеспечивают ее температуру в соответствии с температурой испытуемой пробы согласно инструкциям производителя (примечание 1).

**8.3** Включают подачу продувочного газа и обеспечивают регулирование его давления до необходимого значения согласно инструкциям изготовителя.

**8.4** Включают основной переключатель электропитания анализатора.

Примечание 2 – Некоторые установки могут создавать поток сухого продувочного газа, в связи с чем исключается необходимость подачи извне сжатого воздуха.

## 9 Калибровка и стандартизация

**9.1** Удостоверяются в соответствии со всеми инструкциями изготовителя относительно калибровки, контроля и функционирования установки.

**9.2** Для проверки функционирования установки можно использовать образец авиационного турбинного топлива, температура кристаллизации которого определена по методу ASTM D 2386. Образцы топлив, используемые при выполнении программы межлабораторных сличительных испытаний, также должны соответствовать этому критерию. Такие верификационные материалы можно также использовать из перекрестных проверок другими компаниями. В качестве альтернативных для проверки калибровки устройств измерения температуры в установке можно использовать п-октан или п-нонан высокой степени чистоты, температура кристаллизации которых известна.

## 10 Проведение испытания

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

**10.2** Промывают чашку для пробы, помещая в нее (0,15 ± 0,01) мл пробы топлива. Очищают чашку от пробы, используя ватный тампон. Чашку очищают до тех пор, пока на ней не останется видимых капель пробы.

**10.3** Чашку промывают еще раз, повторяя действия по 10.2.

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

**10.5** Опускают и плотно закрывают крышку испытательной камеры.

**10.6** Включают установку в соответствии с инструкцией изготовителя. Начиная с этого момента и до окончания измерения установка автоматически выполняет все операции. Продувочный газ и жидкую охлаждающую среду начинают циркулировать по установке. Устройство Пельтье охлаждает пробу со скоростью (15 ± 5) °С/мин. Оптические детекторы постоянно осуществляют контроль за образованием кристаллов углеводородов в пробе. В установке постоянно контролируется и отображается на дисплее передней панели температура пробы. После обнаружения кристаллов углеводородов проба нагревается со скоростью (10 ± 0,5) °С/мин до тех пор, пока все кристаллы не перейдут в жидкую фазу. При исчезновении последних кристаллов регистрируется температура пробы и измерение прекращается.

**10.7** Значение температуры кристаллизации отображается на индикаторном устройстве установки.

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

## **11 Протокол испытания**

**11.1** Записывают температуру, зарегистрированную по 10.7, как температуру кристаллизации, и дают ссылку на настоящий стандарт.

## **12 Точность и отклонение**

### **12.1 Сходимость (повторяемость)**

Расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных условиях испытания на идентичном испытуемом топливе в течение длительного периода времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превышать 0,69 °C.

#### **12.1.1 Воспроизводимость**

Расхождение между двумя отдельными независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в различных лабораториях на идентичном испытуемом топливе в течение длительного периода времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превышать 1,30 °C.

#### **12.2 Отклонение**

Отклонение метода не установлено, так как жидких углеводородных смесей с известной температурой кристаллизации, имитирующих авиационные топлива, не существует.

#### **12.3 Относительное отклонение**

Результаты испытаний всех проб при выполнении межлабораторной программы<sup>3</sup> были проанализированы относительно результатов, полученных по методу ASTM D 2386. Некоторые расхождения имели место для отдельных топлив, однако эти отклонения для всех топлив не были постоянными.

Все расхождения находились в рамках воспроизводимости метода по ASTM D 2386 (2,5 °C), за исключением двух образцов топлив JP4 и Jet B. Среднее значение результатов было на 2,5 °C и 2,8 °C соответственно выше указанного для метода по ASTM D 2386. Поэтому пользователь должен быть внимательным при применении данного метода при испытании топлив JP4 и Jet B.

**12.4** Показатели точности были определены при выполнении программы межлабораторных испытаний в 1994 г. Участники этих испытаний анализировали 14 различных авиационных топлив с температурой кристаллизации от минус 45 °C до минус 65 °C. Девять лабораторий использовали автоматическую установку фазового перехода, а 15 лабораторий проводили испытания по методу ASTM D 2386. Показатели точности набранных статистических данных были рассчитаны с учетом дискретности отсчета 0,1 °C, предусмотренной методом автоматического перехода фаз. Информация о типах топлив и среднем значении температуры кристаллизации представлена в исследовательском отчете<sup>3</sup>.

---

<sup>3</sup> Подтверждающие данные (результаты выполнения программы межлабораторных исследований в 1994 г.) были задокументированы в штаб-квартире ASTM и могут быть получены по запросу отчета RR: D02-1385.

## Приложения (обязательные)

### А1 Подробное описание установки

**A1.1** Испытательная камера, состоящая из оптических детекторов, линз, источника света, чашки для проб, датчика температуры, устройства Пельтье и радиатора-теплосъемника, приведена на рисунке А1.1. Крышка испытательной камеры открывается для того, чтобы можно было очистить чашку для пробы и поместить новую пробу топлива. Если крышка плотно закрыта, камера становится герметичной. О-образное кольцо используют для уплотнения поверхностей между крышкой и остальной камерой. Воздух, оставшийся в закрытой камере, выдувается осущененным газом. Входное и выходное отверстия для осущенного газа показаны на рисунке А1.1. Стенки испытательной камеры изготовлены из металла, окрашенного в черный цвет, и пластмассовых деталей для уменьшения светового отражения.

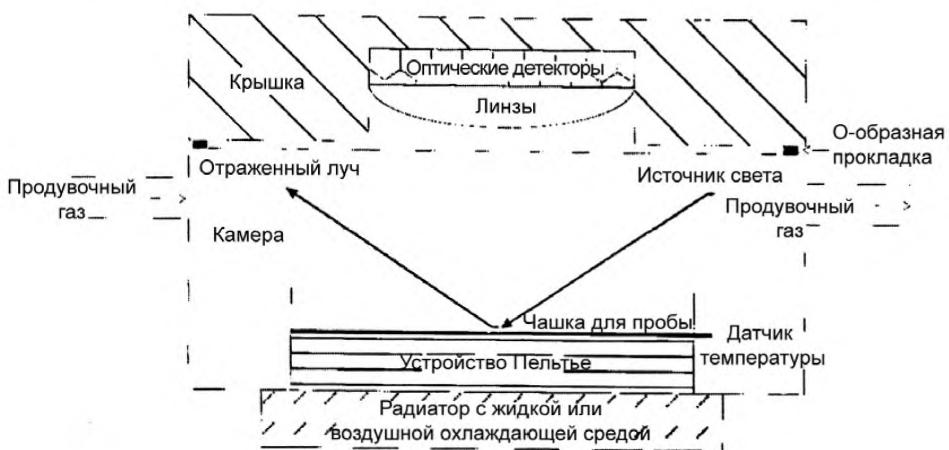


Рисунок А1.1 – Схематическое изображение испытательной камеры

**A1.1.1** Чашка для пробы, имеющая стенки из пластмассы черного цвета и отполированное до зеркального блеска металлическое дно. Отполированная поверхность дна является отражающей поверхностью для света. Передача тепла к пробе и от нее через металлическое дно регулируется устройством Пельтье.

**A1.1.2** Датчик температуры с дискретностью отсчета  $0,1^{\circ}\text{C}$ , измеряющий температуру с точностью до  $0,1^{\circ}\text{C}$ , встроен в дно чашки для пробы и расположен менее чем на  $0,1\text{ mm}$  ниже верхней поверхности дна чашки. Датчик температуры, изготовленный из одной платиновой нити, обеспечивает точное измерение температуры пробы.

**A1.1.3** Устройство Пельтье, способное регулировать температуру пробы в широком диапазоне значений. Диапазон температур зависит от серии модели. При охлаждении пробы тепло передается от верхней части устройства к нижней. Так как верхняя часть устройства находится в контакте с дном чашки, проба будет охлаждаться. Нижняя часть устройства Пельтье находится в контакте с радиатором-теплосъемником, в котором тепло передается охлаждающей среде. При нагревании пробы имеет место обратный процесс.

**A1.1.4** Источник света обеспечивает луч света с длиной волны  $(660 \pm 10)\text{ nm}$ . Источник света располагают так, чтобы он испускал падающий луч (рисунок А1.1) на пробу под острым углом. Свет отражается от полированного дна чашки для пробы. Если топливо является однородной жидкостью, то отраженный луч падает на крышку камеры черного цвета. Отраженный луч затем поглощается поверхностью черного цвета. Если в пробе топлива появляются кристаллы парафина, отраженный луч рассеивается на границе фаз твердое – жидкость. Основное количество рассеянного света падает на линзы (рисунок А1.2).

**A1.1.5** Оптические детекторы, расположенные выше линз для контроля прозрачности пробы. Расстояние между оптическими детекторами и линзами регулируется таким образом, чтобы отражение пробы проецировалось на светочувствительную поверхность оптических детекторов. Чтобы охватить всю площадь отражения, необходимо достаточное количество оптических детекторов.

**A1.2** Наружная панель установки. Схема расположения может быть различной, но рекомендуют применять следующие индикаторные устройства и кнопки управления. Типовая установка приведена на рисунке A1.3.

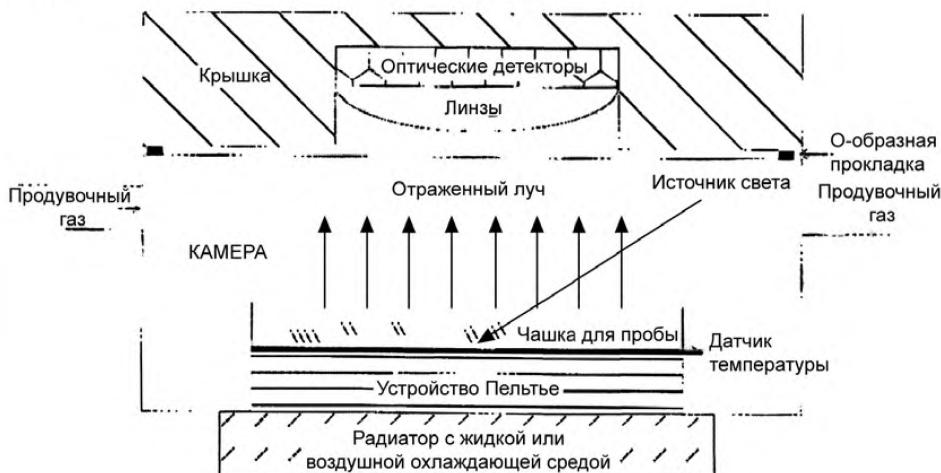


Рисунок A1.2 – Выявление образования кристаллов

**A1.2.1** Индикаторы сообщения отображают информацию о состоянии установки. Они должны отображать соответствующие сообщения, когда установка находится в нерабочем состоянии и причина нарушения работы не найдена. В конце испытания на индикаторе отображается его результат. При выявлении причины нарушения работы основных элементов установки на индикаторе также отображается диагностическое сообщение. Подробное описание диагностических сообщений приводится в инструкции по эксплуатации изготовителя.

**A1.2.2** Индикатор температуры пробы показывает температуру пробы во время измерения.

**A1.2.3** Индикатор светового сигнала показывает уровень рассеянного света, улавливаемого оптическими детекторами. Эту информацию может использовать обслуживающий персонал с целью устранения неисправностей.

**A1.2.4** Кнопки «Меню» дают возможность оператору выбирать температуру в градусах Цельсия и Фаренгейта; температура в градусах Цельсия рассматривается как стандартная.

**A1.2.5** Кнопка пуска дает возможность оператору начать измерения в заданной последовательности сразу же после помещения пробы в испытательную камеру.

**A1.2.6** Кнопка возвращения в исходное положение дает возможность оператору остановить измерения. После нажатия этой кнопки немедленно прекращается измерение и пробы нагревается до температуры окружающей среды.

Примечание A1.1 – Полное описание установки и указания по настройке и обслуживанию содержатся в инструкции по эксплуатации изготовителя, которой сопровождается каждая установка. Эта информация также включена в отчет<sup>4</sup>.

<sup>4</sup> Подтверждающие данные собраны в штаб-квартирах ASTM, их можно получить по запросу отчета RR:D02-1398.

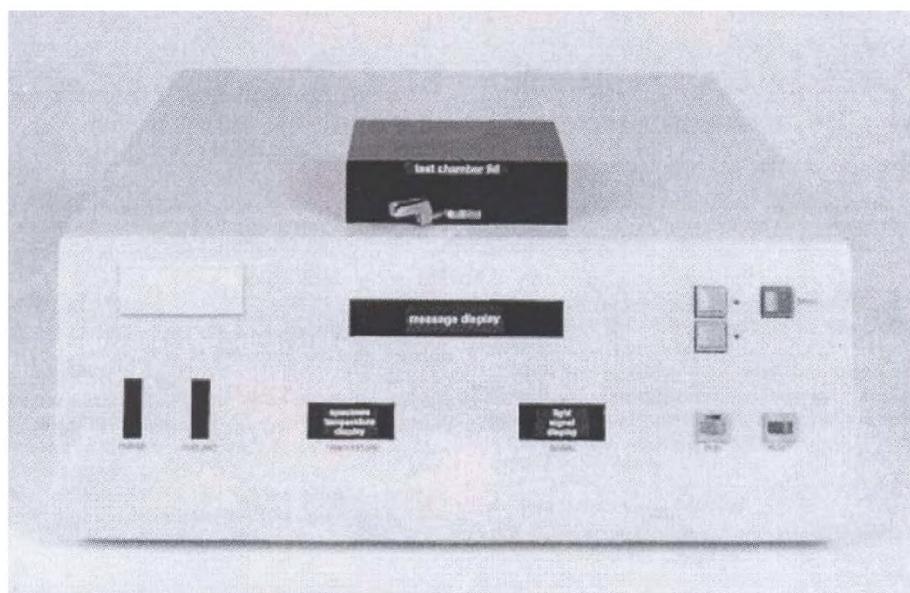


Рисунок А1.3 – Внешний вид устройства

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

---

Сдано в набор 24.04.2006. Подписано в печать 01.06.2006. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.  
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,05 Уч.-изд. л. 0,5 Тираж 1000 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.