|  |
| --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ****(ЕАСС)****EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION****(EASC)** |
| Описание: Picture in Документ1 | **М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й****С Т А Н Д А Р Т** | **ГОСТ****33579–****202***(Проект RU, окончательная редакция)* |

**ЖИДКОСТИ ОХЛАЖДАЮЩИЕ НА ОСНОВЕ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ**

**Определение температуры начала кристаллизации**

**методом автоматического фазового перехода**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**202**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № ноября 2013 г .)

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страныпо МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страныпо МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органапо стандартизации |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к стандарту
ASTM D6660–01(2023) «Стандартный метод определения температуры кристаллизации охлаждающих жидкостей на основе этиленгликоля и воды для двигателей методом автоматического фазового перехода» («Standard test method for freezing point of aqueous ethylene glycol base engine coolants by automatic phase transition method», MOD) путем исключения отдельных фраз, ссылок, примечаний, нумерации примечаний, а также включения дополнительных положений, слов, которые выделены в тексте курсивом.

Стандарт ASTM разработан подкомитетом D15.03 «Физические свойства» Технического комитета ASTM D15 «Охлаждающие и родственные жидкости».

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

5 ВЗАМЕН ГОСТ 33579–2015

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

|  |
| --- |
| **ЖИДКОСТИ ОХЛАЖДАЮЩИЕ НА ОСНОВЕ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ****Определение температуры начала кристаллизации методом автоматического фазового перехода**Cooling liquids based on ethylene glycol. Determination of freezing point by automatic phase transition method |

**Дата введения — 2027 — —**

**1 Область применения**

*1.1* *Настоящий стандарт распространяется на охлаждающие жидкости для двигателей на основе этиленгликоля концентрацией не менее 40 % об. и не более 60 % об. в воде и устанавливает определение температуры начала кристаллизации методом автоматического фазового перехода.*

*1.2* В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 19710 Этиленгликоль. Технические условия

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **метод автоматического фазового перехода** (automatic phase transition method): Процедуры автоматического охлаждения образца охлаждающей жидкости до появления кристаллов, последующего контролируемого нагревания и регистрации температуры расплавления кристаллов.

3.2 **температура кристаллизации** (freezing point): Температура, при которой начинается кристаллизация в отсутствии переохлаждения, или максимальная температура, достигаемая сразу после начала образования кристаллов при переохлаждении, или температура, при которой кристаллы, образовавшиеся при охлаждении, расплавляются при повышении температуры образца.

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

**4 Сущность метода**

4.1 Охлаждают образец с помощью устройства Пельтье при постоянном освещении источником света. Образец непрерывно контролируют с помощью системы оптических детекторов для обнаружения образования первых кристаллов. После образования кристаллов образец нагревают с контролируемой скоростью до расплавления всех кристаллов. Используют достаточное количество детекторов для обнаружения любых кристаллов. Температура образца, при которой кристаллы *начинают* расплавляются, регистрируется датчиком как температура *начала* кристаллизации.

**5 Назначение и применение**

5.1 Температура *начала* кристаллизации характеризует способность охлаждающей жидкости защищать двигатель от замерзания при низких температурах.

5.2 Температуру *начала* кристаллизации охлаждающей жидкости можно использовать для определения приблизительного содержания гликоля известного типа.

**6 Аппаратура**

**6.1 Автоматический аппарат**

*Автоматический* аппарат состоит из управляемой микропроцессором испытательной камеры, обеспечивающей охлаждение и нагревание испытуемого образца, оптическое детектирование появления и плавления кристаллов и регистрацию температуры образца (*пример аппарата приведен в приложении А1*).

6.2 Аппарат оснащен чашкой для образца, набором оптических детекторов, источником света, цифровым дисплеем, устройством Пельтье и устройством измерения температуры образца.

6.3 Устройство для измерения температуры образца в чашке должно обеспечивать измерение температуры испытуемого образца в диапазоне от минус 80 °С до плюс 50 °С с точностью до 0,1 °С.

6.4 Аппарат должен обеспечивать циркуляцию жидкой охлаждающей среды, отводящей тепло, выделяемое устройством Пельтье и другими электронными компонентами.

**7 Реактивы и материалы**

**7.1 Охлаждающая среда**

Теплообменная жидкость отвода тепла, выделяемого устройством Пельтье и другими электронными компонентами аппарата.

Примечание – В некоторых аппаратах в качестве охлаждающей среды для доведения температуры образца до минус 60 °С применяют водопроводную воду. Охлаждение образца до температуры минус 80 °С обеспечивается циркуляцией в аппарате жидкой охлаждающей среды температурой минус 30 °С или ниже. Зависимость между температурой охлаждающей среды и минимальной температурой образца приведена в инструкции изготовителя аппарата.

7.2 Пипетка с регулируемым объемом (*например*, пипетка Эппендорфа), обеспечивающая дозирование (0,15 ± 0,01) см3 образца.

7.3 Ватные палочки с пластиковым или бумажным стержнем для очистки чашки для образца. (**Предупреждение** — Использование тампонов на деревянном стержне может повредить зеркальную поверхность чашки для образца).

**8 Подготовка аппаратуры**

8.1 Настраивают аппарат в соответствии с инструкцией изготовителя.

8.2 Подключают жидкостное охлаждение и убеждаются в отсутствии утечек.

8.3 Включают жидкостное охлаждение.

8.4 Включают главный выключатель питания аппарата. После завершения автоматической диагностики в цикле запуска на цифровом дисплее прибора отображается сообщение «Ready» (*о готовности прибора к работе*).

**9 *Градуировка***

9.1 Следуют инструкции изготовителя в части градуировки, проверки и эксплуатации аппарата.

9.2 Для проверки работы аппарата можно использовать образец с температурой *начала* кристаллизации, согласованной между заинтересованными сторонами.

*Допускается для проверки работы аппарата использовать образец раствора этиленгликоля по ГОСТ 19710 с дистиллированной водой в соотношении 50:50 % масс, имеющий температуру кристаллизации
(37,0 ± 0,1) °С, или образец с температурой начала кристаллизации, согласован-ной между заинтересованными сторонами*.

**10 Проведение испытаний**

10.1 Открывают крышку испытательной камеры и ватным тампоном очищают чашку для образца внутри испытательной камеры.

10.2 Вводят пипеткой (0,15 ± 0,01) см3 образца в чашку для образца. Удаляют образец из чашки ватной палочкой до отсутствия капель образца в чашке, определяемых визуально.

10.3 Повторяют процедуру по 10.2.

10.4 Осторожно добавляют (0,15 ± 0,01) см3 образца в чашку для образца.

10.5 Закрывают и фиксируют крышку испытательной камеры.

10.6 Нажимают кнопку «RUN», расположенную на лицевой панели аппарата. Образец охлаждается с помощью устройства Пельтье при непрерывном контроле образования кристаллов оптическими детекторами. Температура образца непрерывно контролируется и отображается на лицевой панели аппарата. После обнаружения кристаллов образец нагревается до плавления кристаллов. Измерение автоматически прекращается при достижении температуры кристаллизации.

10.7 После завершения измерения значение *начала* температуры кристаллизации будет отображаться на лицевой панели аппарата.

10.8 Разблокируют и открывают крышку испытательной камеры и удаляют образец из чашки ватной палочкой.

**11 *Обработка результатов испытания***

*11.1* Регистрируют температуру, определенную по 10.7

*11.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений температуры начала кристаллизации, округленное до целого числа.*

**12 Прецизионность и смещение**

**12.1 Прецизионность**

Прецизионность настоящего метода испытания установлена по результатам статистической обработки (статического анализа) данных межлабораторных испытаний.

**12.1.1 Повторяемость**

Расхождение результатов двух определений, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать 0,6 °C только в одном случае из 20.

**12.1.2 Воспроизводимость**

Расхождение двух единичных и независимых результатов, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном
и правильном выполнении метода, может превышать 0,8 °C только в одном случае из 20.

**12.2 Относительное смещение**

Использование автоматического метода испытаний по настоящему стандарту по сравнению с ручной процедурой показало смещение равное 0,67 °C, что не является статистически значимым значением при уровне достоверности 95 %.

12.3 Прецизионность установлена по результатам статистического анализа программы межлабораторных совместных испытаний 1999 г. Участники проводили испытания пяти образцов охлаждающей жидкости на основе этиленгликоля концентрацией в диапазоне от 40 % об. до 60 % об. с шагом 5 % об. Восемь лабораторий применяли аппарат автоматического фазового перехода и семь лабораторий использовали ручной метод. В семи лабораториях два аналитика проводили испытания разных наборов образцов каждым методом. Одна лаборатория применяла только автоматический метод. Каждая лаборатория получила два комплекта рандомизированных образцов с маркировкой от А до Е и от 1 до 5. В лабораториях были проведены повторные испытания 25 образцов. Статистическая обработка результатов определения прецизионности метода была проведена с точностью до 0,1 °С, обеспечиваемой определением температуры *начала* кристаллизации методом автоматического фазового перехода.

**Приложение А1**

**(справочное)**

***Пример* аппаратуры**

A1.1 Схема испытательной камеры, состоящей из оптических детекторов, линзы, источника света, чашки для образца, датчика температуры, устройства Пельтье и устройства для охлаждения, приведена на рисунке A1.1. Крышку испытательной камеры можно открывать для очистки чашки для образца и помещения нового образца. После закрытия и блокировки крышки камера становится герметичной. Для герметизации сопрягаемых поверхностей между крышкой и остальной частью камеры используют уплотнительное кольцо круглого сечения. Стенки испытательной камеры из металлических и пластиковых компонентов должны быть черного цвета для минимизации отражения света.

|  |
| --- |
|  |
| *1* — оптические детекторы; *2* — линза; *3* — отраженный луч; *4* — образец; *5* — термоэлектрическое устройство |
| Рисунок А1.1 – Схема испытательной камеры |

A1.1.1 Стенки чашки для образца должны быть из пластика черного цвета, дно из тщательно отполированного металла. Дно чашки является отражающей поверхностью для света. Нагревание и охлаждение образца через металлическое дно осуществляют с помощью устройства Пельтье.

A1.1.2 Датчик температуры, обеспечивающий снятие показаний с точностью до
0,1 °C, должен быть встроен в нижнюю часть чашки для образца на расстоянии не более
0,1 мм от наружной поверхности дна чашки. Датчик температуры, состоящий из одной платиновой нити, обеспечивает точное измерение температуры образца.

A1.1.3 Устройство Пельтье обеспечивает регулирование температуры образца в широком диапазоне, который меняется в зависимости от модели. При охлаждении образца тепло переносится от верхней части устройства к нижней. Образец будет охлаждаться, так как верхняя часть устройства находится в тепловом контакте с нижней частью чашки для образца. Нижняя часть устройства Пельтье находится в тепловом контакте с устройством для охлаждения, которое переносит тепло в охлаждающую среду. При нагревании образца происходит обратный процесс.

A1.1.4 Источник света с длиной волны (660 ± 10) нм располагают таким образом, чтобы обеспечить падение луча света на образец под заданным углом
(см. рисунок A1.1). Свет отражается от полированного дна чашки для образца. Если образец является однородной жидкостью, отраженный луч падает на крышку камеры черного цвета и поглощается. При появлении в образце кристаллов отраженный луч рассеивается на границе твердой и жидкой фаз. Значительное количество рассеянного света попадает на линзу (см. рисунок А1.2).

A1.1.5 Оптические детекторы, расположенные над линзой, контролируют прозрачность образца. Расстояние между оптическими детекторами и линзой регулируют таким образом, чтобы изображение образца проецировалось на светочувствительную поверхность оптических детекторов. Используют достаточное количество оптических детекторов, чтобы охватить площадь отражения.

A1.2 На лицевой стороне аппарата расположены дисплеи и кнопки, как показано на рисунке A1.3 (в зависимости от модели аппарата расположение дисплеев и кнопок может отличаться).

A1.2.1 На дисплее для вывода сообщений отображается информация о состоянии аппарата. При выводе сообщения «READY» аппарат находится в режиме ожидания, неисправности отсутствуют. В конце испытания на дисплей выводится результат. При обнаружении неисправности аппарата на дисплей выводятся диагностические сообщения. Подробное описание диагностических сообщений приведено в руководстве пользователя аппарата.

A1.2.2 На дисплее для вывода температуры отображается текущая температура образца с точностью до 0,1 °С, обновляемая каждые 2 с.

|  |
| --- |
|  |
| *1* — оптические детекторы; *2* — линза; *3* — рассеянный луч; *4* — образец; *5* — термоэлектрическое устройство |
| Рисунок А1.2 — Детектирование образования кристаллов |
|  |
| Рисунок А1.3 – Внешний вид аппарата |

A1.2.3 На дисплее для вывода уровня светового сигнала отображается текущий уровень рассеянного света, попавшего на оптические детекторы, обновляемый каждые 2 с. Эту информацию использует обслуживающий персонал для устранения неполадок.

A1.2.4 Кнопка «RUN» позволяет оператору начать проведение испытаний сразу после помещения образца в испытательную камеру.

A1.2.5 Кнопка «RESET» позволяет оператору прекратить испытание. При нажатии на эту кнопку аппарат сразу остановит испытание и нагреет образец до температуры приблизительно 20 °С.

|  |
| --- |
| УДК 65.767:536.421.4:006.354 МКС 75.100Ключевые слова: охлаждающие жидкости на основе этиленгликоля, определение температуры начала кристаллизации методом автоматического фазового перехода |