

# TEKUTOST MOTOROVÉ NAFTY ZA NÍZKÝCH TEPLOT

Anton Paar, info.cz@anton-paar.com, www.anton-paar.com

Kromě kinematické viskozity a hustoty podle norem ASTM D7042 a D4052 nový viskozimetr SVM 3001 Cold Properties s vestavěnou optickou měřicí celou nyní také současně stanovuje bod zakalení motorové nafty.

## 1 Úvod

Motorová nafta musí splňovat řadu parametrů, jako jsou například hustota, kinematická viskozita nebo filtrovatelnost (CFPP), aby vyhověla nejrušnějším specifikacím (např. normy ASTM D975 nebo EN 590).

Bod zakalení sice není výslovně specifikován pro všechny typy motorové nafty a ve všech zemích, nicméně se jedná o důležitý parametr. Normy ASTM D6751 (B6–B20) a D7467 (B100) vyžadují, aby byl uváděn bod zakalení, i když není stanoven žádný limit. Existuje mnoho automatizovaných a manuálních testovacích metod na stanovení bodu zakalení.

Přístroj SVM 3001 Cold Properties zajišťuje měření bodu zakalení, hustoty a kinematické viskozity najednou v rámci funkce měření. Dále tento přístroj zajišťuje stanovení kinematické viskozity a hustoty v rámci jedné metody, a to při standardní i nízké teplotě (např. pro vlastnosti motorové nafty v arktických a zimních podmínkách).

## 2 Proč stanovit bod zakalení?

Bod zakalení (CP) je jednou z tokových vlastností motorové nafty a topného oleje za nízkých teplot. Jedná se o teplotu ve °C, při níž čirá a jasná tekutina začne vytvářet oddělené krystalky parafinu, čímž se zakaluje. Bod zakalení se stanoví za definovaných testovacích podmínek v závislosti na tom, jaká je použita standardní testovací metoda. Druhou důležitou tokovou vlastností za nízkých teplot je filtrovatelnost (CFPP). Ta je vyžadována za účelem charakterizování nízkoteplotních tokových vlastností motorové nafty, resp. některých topných olejů pro domácnosti EL (podle DIN 51603; přičemž norma ASTM D396 stanoví bod tuhnutí pro topné oleje). Filtrovatelnost (CFPP) označuje teplotu, při které se filtr v palivovém systému ucpe tak, že tekutinu již nelze filtrovat. Proudění tekutiny je tak omezeno a nakonec zcela přerušeno. Oba parametry jsou společně důležité pro zjištění, při jakých teplotách lze motorovou naftu nebo topný olej používat.

Vlastnosti za nízkých teplot mohou být změněny pomocí přísad (tzv. aditiv) zlepšujících tekutost. Další strategií na zabránění zakalování nebo ucpání je zahřátí filtru a částí palivového systému.

## 3 Vzorok

Vzorek	Typ
CRMU-CPGO 8180801	Norma platná pro motorovou naftu (Paragon)
CRM-CPGO 1162610	Norma platná pro motorovou naftu (Paragon)
ASTM DF21302	Motorová nafta č. 2 z ASTM PTP
ASTM BIOD 1104	Biodiesel B100 z ASTM PTP
HHO	Topný olej pro domácnosti „extra lehký“ DIN 51603-1

## 4 Přístrojové vybavení

Tyto testy se provádějí pomocí přístroje SVM 3001 Cold Properties. Pro měření bodu zakalení až do  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  (což odpovídá teplotě cely přibližně  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) nevyžaduje přístroj SVM 3001 Cold Properties externí chlazení, protože chlazení je zajišťováno vestavěným ventilátorem. Pro dosažení nižší teploty měřicí cely, např. pro testování nízkoteplotních vlastností motorové nafty (motorová nafta pro arktické nebo polární podmínky), je vyžadováno externí chlazení.

Pro zabránění vzniku kondenzace nebo tvorby ledu uvnitř přístroje SVM 3001 Cold Properties je vyžadován přívod suchého vzduchu dovnitř přístroje. Pro doporučené nízkoteplotní vybavení, příslušenství,

Obr. 1: Viskozimetr SVM 3001 Cold Properties



instalaci a nastavení viz referenční příručku SVM x001 nebo navštivte webové stránky společnosti Anton Paar.

## 5 Stanovení tokových vlastností za nízkých teplot

### 5.1 Příprava přístroje

Před zahájením měření při nízkých teplotách otevřete uzávěr měřicích cel a vyjměte měřicí rotor. Vyčistěte vnitřek bloku cel po několika minut suchým vzduchem, aby tato trubice zůstala suchá. Ihned poté vložte zpět měřicí rotor, vyčistěte místo, kde dosedá uzávěr měřicích cel. Zavřete uzávěr měřicích cel. Nyní vyčistěte měřicí cely suchým vzduchem po dobu několika minut, aby byly z cel odstraněny veškeré zbytky vzdušné vlhkosti. Vzdušná vlhkost způsobuje tvorbu ledu ve studené cele, což ovlivňuje výsledky a provozní chování rotoru.

### 5.2 Nastavení přístroje SVM 3001 Cold Properties

#### 5.2.1 Stanovení tokových vlastností za nízkých teplot

K dispozici je výchozí metoda, která kromě stanovení bodu zakalení zahrnuje rovněž měření hustoty a kinematické viskozity při typických teplotách.

- Metoda: Motorová nafta (bod zakalení – CP).
- Režim měření: Tokové vlastnosti za nízkých teplot (CFP). Ve výchozím nastavení tento režim zahrnuje testovací body pro kinematickou viskozitu při  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , pro hustotu při  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  a stanovení bodu zakalení.
- Počáteční teplota poklesu k bodu zakalení: nastavte teplotu na hodnotu cca o  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  vyšší, než je odhadovaný bod zakalení testované tekutiny.
- Třída přesnosti: Přesná.
- limit RDV: 0,10 %.
- limit RDD:  $0,0002\text{ g/cm}^3$ .
- Automatické předsmáčení: ano.
- Výstražný práh pro plnění: 3.

#### 5.2.2 Počáteční teplota poklesu k bodu zakalení

Jedná se o teplotu, při níž začíná stanovená rychlost ochlazování  $1\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ .

Když teplota skenu klesne na výrazně nižší hodnotu, než je nominální teplota bodu zakalení vzorku, může být počáteční teplota lineárního poklesu v nejlepším případě nominální teplota bodu zakalení.

Velký doporučený teplotní rozdíl cca  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  mezi počáteční teplotou poklesu a zakalením se nastaví pro jistotu, pokud by odhadovaná hod-

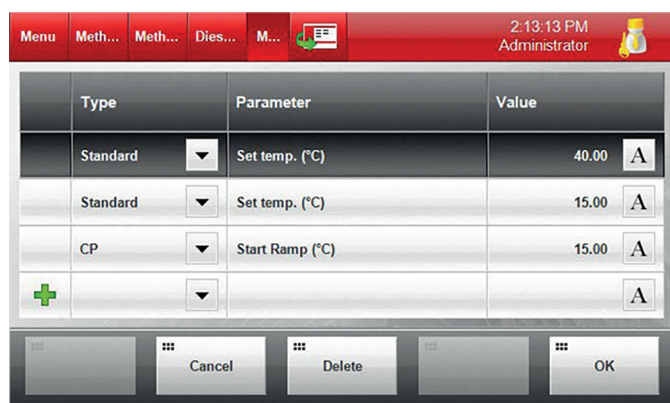
nota bodu zakalení neodpovídala naměřené hodnotě bodu zakalení. Nastavení počáteční teploty poklesu je kompromisem mezi dobou měření a rizikem dosažení nesprávného výsledku. Hodnota počáteční teploty poklesu, která je příliš vzdálená bodu zakalení, zbytečně prodlužuje dobu měření. Hodnota počáteční teploty poklesu, která je příliš blízko bodu zakalení, může vést k chybnému měření.

V každém případě platí, že pokud je naměřený bod zakalení vyšší než počáteční teplota poklesu, musí být měření opakováno s jinou počáteční teplotou poklesu.

### 5.2.3 Nastavení režimu CFP

Režim měření CFP lze přizpůsobit v sekci Rychlého nastavení (Quick Settings) – viz obr. 2.

Obr. 2: Nastavení režimu pro tokové vlastnosti za nízkých teplot



*Tip:* U topného oleje pro domácnosti (HHO, topný olej č. 2) je v některých oblastech stanovena kinematická viskozita při různých teplotách, např. ASTM D396 při teplotě 40 °C, ONorm C1109 při teplotě 20 °C.

*Tip:* Viskozitní měření v režimu testování tokových vlastností za nízkých teplot jsou jednobodová měření. Jsou-li vyžadována měření viskozity podle ASTM D7042, proveďte opakovaná měření při příslušné měřicí teplotě.

### 5.3 Kalibrace

Kalibraci je nutné provádět pravidelně pomocí certifikovaných etalonů. Podle ASTM D7042 musí být etalony certifikovány laboratorně, která splňuje požadavky ISO/IEC 17025 nebo odpovídající národní normy. Etalony viskozity by měly být výsledovatelné podle hlavních postupů viskozimetru. Nejistota etalonů hustoty nesmí u jednotlivých certifikovaných hodnot překročit 0,0001 g/cm<sup>3</sup>. Nejistota by měla být uváděna ( $k = 2$ ; 95% úroveň spolehlivosti).

Použijte jeden nebo více etalonů v rozsahu viskozity vašeho vzorku (vzorků). V případě potřeby proveďte kalibrační korekci pro zlepšení reprodukovatelnosti.

Rovněž provádějte pravidelné kalibrace měření bodu zakalení. Používejte buď certifikované etalony bodu zakalení, nebo alespoň tekutiny se spolehlivě známým bodem zakalení. Bod zakalení a typ etalonu musí být v rozsahu vašich vzorků. Pokud je bod zakalení mimo rozsah, zkontrolujte referenční tekutinu, vyčistěte důkladně měřicí celou a opakujte pokus. Proveďte kalibrační korekci, pouze pokud je bod zakalení opakovaně mimo rozsah.

### 5.4 Příprava vzorku

Pokud vzorek není čerstvě odebrán z výrobní linky nebo jiného zásobníku, je pro dosažení správných a opakovatelných výsledků nezbytná homogenizace zkušební vzorku. Vzorek zahřejte na teplotu nejméně 14 °C nad očekávaným bodem zakalení. Odstraňte ze vzorku veškerou vlhkost např. filtrací přes suchý filtrační papír nepouštějící vlákna, dokud není olej zcela čirý. Tuto filtraci provádějte při teplotě nejméně 14 °C nad přibližným bodem zakalení. Kapičky vody povedou k nesprávnému stanovení bodu zakalení. Pokud teplota (bio) motorové nafty klesne pod bod zakalení během přepravy nebo skladování, ujistěte se před homogenizací a filtrací vzorku, zda byly všechny oddělené parafinové částice rozpuštěny.

### 5.5 Plnění

Použijte ideálně skleněnou stříkačku. Motorová nafta může chemicky účinkovat na plastové stříkačky, což může ovlivnit výsledky.

Skleněná injekční stříkačka dodávaná s přístrojem má luerovou spojku (konektor typu Luer-Lock). Odpojte plnicí hadičku od uzávěru měřicích cel a připojte místo toho adaptér Luer/UNF PEEK.

Jako první plnění naplňte minimálně 1,5 ml. Po předsmáčení naplňte minimálně 1 ml nebo takové množství, dokud nebude vzorek v odpadní hadičce bez bublinek. Objem vzorku: cca 3 ml.

### 5.6 Čištění

#### 5.6.1 Rozpouštědla

- Naftový benzín (rozsah varu 100/140 °C), jako alternativu nebo jako druhé rozpouštědlo pro lepší vysušení: n-heptan.

#### 5.6.2 Postup čištění

- Otevřete obrazovku čištění (klepněte na ikonu čištění).
- Odstraňte vzorek z cel pomocí vzduchem naplněné stříkačky.
- Naplňte ~2 ml rozpouštědla pomocí stříkačky a nechte ji připojenou.
- Pohybuje pístem stříkačky několikrát prudce dozadu a dopředu (motor na rychlost plnění), aby se zlepšil čistící výkon v měřicích celách. Profoukněte měřicí cely vzduchem po několik vteřin, aby byla odstraněna směs vzorku a rozpouštědla.
- Postup opakujte jednou nebo dvakrát.
- Proveďte závěrečné propláchnutí sušicím rozpouštědlem, aby byly odstraněny veškeré zbytky.
- Sledujte obrazovku čištění. Měřicí cely sušte, dokud se hodnota čištění nezmění na zelenou a nezůstane trvale zelená.

## 6 Výsledky

Výsledky v tomto sdělení jsou prezentovány průměrované hodnoty ze série opakovaných měření s čištěním po každém dokončeném měření. Výsledky získané z norem jsou porovnány s referenčními údaji etalonů bodů zakalení podle jejich certifikátů (limity údajů o přesnosti podle ASTM D2500, protože tato norma platí pro všechny vzorky). Výsledky ze vzorků motorové nafty jsou porovnány s údaji získanými z programu zkoušení způsobilosti ASTM pro tyto vzorky. Pro topný olej nejsou k dispozici žádné referenční údaje. Místo toho jsou jako reference použity obecné specifikace DIN 51603.

Tab. 2: Bod zakalení – použitelné metody testování

Vzorek	Použité metody testování (podle certifikátů, resp. údajů PTP)
CRMU-CPGO	IP 219, ASTM D2500, ISO 3015
CRM-CPGO	ASTM D2500, EN 23015, ISO 3015, ASTM D5771, ASTM D5772, ASTM D5773
ASTM DF2	ASTM D2500
ASTM BIOD	ASTM D2500
HHO	EN 23015

### 6.1 Bod zakalení

Tab. 3: Bod zakalení – výsledky a údaje o přesnosti

Vzorek	Stanovený bod zakalení [°C]	Ref. bod zakalení [°C]	Odchylka od ref. [°C]	Opakovatelnost $r, 2 \sigma$ [°C]
CRMU-CPGO	-7,23	-7,6	-0,37	0,41
CRM-CPGO	-2,33	-2,4	-0,07	0,16
ASTM DF2	-13,0	-12,5	0,50	0,67
ASTM BIOD	-0,71	-0,5	-0,21	0,08
HHO	-4,07	Max. +3	splněno	0,06

Dokončení na další straně

## 6.2 Další vlastnosti

**Kinematická viskozita:** Motorová nafta: 40 °C; topný olej pro domácnosti: 20 °C.

**Tab. 4: Kinematická viskozita – výsledky a údaje o přesnosti**

Vzorek	Změřená kin. visk. [mm <sup>2</sup> /s]	Ref. kin. visk. [mm <sup>2</sup> /s]	Odchylka od ref. [mm <sup>2</sup> /s]	Opakovatelnost $r$ , $2\sigma$ [°C]
ASTM DF2	2,2160	2,2075	0,37	0,59
ASTM BIOD	4,0820	4,0142	1,68	0,24
HHO	4,5020	2,5 ... 6*	V rozsahu	0,76

**Hustota:** Pro všechny vzorky při teplotě 15 °C.

**Tab. 5: Hustota – výsledky a údaje o přesnosti**

Vzorek	Změřená hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	Ref. hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	Odchylka od ref. [g/cm <sup>3</sup> ]	Opakovatelnost $r$ , $2\sigma$ [°C]
ASTM DF2	0,82566	0,8256	0,00006	0,00013
ASTM BIOD	0,88475	0,8839	0,00085	0,00006
HHO	0,83234	max. 0,86 (ISO 51757)	splněno	0,00004

## 7 Závěr

Přístroj SVM 3001 Cold Properties je vhodný pro stanovení tokových vlastností motorové nafty a topného oleje pro domácnosti (topný olej č. 2) za nízkých teplot za předpokladu splnění všech požadavků popsaných v tomto protokolu.

*Tip:* Pro zvýšení produktivity, omezení chyb při manipulaci a zajištění dokonalého automatizovaného čištění s předem stanovenými pracovními postupy jsou k dispozici dva modely měniče vzorků – Xsample 530 a Xsample 340.

## Literatura

- [1] Související normy: ASTM D7042, ASTM D2500, IP219, ASTM D5771, ASTM D5772, ASTM D5773, EN 23015, ISO 3015, ASTM D975, EN 590, ASTM D6351, ASTM D7467, ASTM D6751, ONorm C1109, ISO 51757, ASTM D396, DIN 51603.
- [2] Aplikační list „Tokové vlastnosti leteckého paliva za nízkých teplot“, Anton Paar.