ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАГА ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРАШЫНДА ТҰТАНУ ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСІ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ ТАГА

ҚР СТ 2424-2013

(ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester, MOD)

Ресми басылым

ҚазСтИн осы ұлттық стандарты ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester» негізделген, ASTM Интернэшнл авторлық құқығы, PA 19428, АҚШ ASTM Интернэшл рұқсатымен қайта басылады.

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАГА ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРАШЫНДА ТҰТАНУ ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСІ

ҚР СТ 2424-2013

(ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester, MOD)

Ресми басылым

ҚазСтИн осы ұлттық стандарты ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester» негізделген, АСТМ Интернэшнл авторлық құқығы, PA 19428, АҚШ АСТМ Интернэшл рұқсатымен қайта басылады.

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Мұнай және газ ақпараттық-талдамалық орталығы» акционерлік қоғамы **ӘЗІРЛЕП**

«Мұнай, газ, олардан қайта өңделген өнімдер, мұнай, мұнай-химиялық және газ өнеркәсібіне арналған материалдар, жабдық пен имараттар» № 58 стандарттау жөніндегі техникалық комитеті және «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны **ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы «28» қарашадағы № 548-од Бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester (Тага жабық отбақырында тұтану температурасын анықтау әдісі) американдық ұлттық стандартқа қатысы бойынша түрлендірілді.

Ағылшын тілінен аудармасы (en).

ASTM D 56-05 (2010) стандартын Мұнай өнімдері және майлау заттары жөніндегі Д02 комитетінің D02.08 "Ұшпалығы бойынша" ішкі комитеті әзірледі.

ҚазСТИн аталған ұлттық стандарты ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester» негізделген, ASTM Интернэшнл авторлық құқығы, PA 19428, АҚШ. ASTM Интернэшл рұқсатымен қайта басылады.

Осы ұлттық стандартты дайындау үшін пайдаланылған шетелдік стандарттардың, олардың аудармаларының және сілтемелері берілген шетелдік стандарттардың ресми даналары Нормативтік техникалық құжаттардың бірыңғай қорында болады.

Американдық ұлттық стандарттың ресми нұсқасында берілген жекелеген сөз тіркестері, терминдер мемлекеттік және орыс тілінің және қабылданған терминология нормаларын сақтау мақсатында, сондай-ақ мемлекеттік техникалық реттеу жүйесінің құрылу ерекшеліктеріне байланысты өзгертілген немесе синоним сөздермен ауыстырылған.

Сілтемелерді ауыстыру туралы ақпарат Е.1 қосымшасында берілген

Сәйкестік дәрежесі – түрлендірілген (MOD).

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2018 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық сілтемесінде, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні – ай сайын шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемелерінде жарияланады. Осы стандарт қайта қаралатын (ауыстырылатын) немесе жойылатын жағдайда тиісті хабарлама ай сайын шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе ішінара шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

	Кіріспе	V
1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	2
3	Терминология	3
4	Әдістің мәні	4
5	Әдістің мәні және қолданылуы	4
6	Қолмен басқарылатын аспап	5
7	Сынамаларды іріктеу	5
8	Қолмен басқарылатын аспапты дайындау	6
9	Қолмен басқарылатын аспапты пайдаланып сынақтар өткізу	8
10	Автоматты басқаруы болатын қондырғы	10
11	Автоматты басқаруы болатын қондырғыны дайындау	10
12	Автоматты басқаруы болатын қондырғыны пайдаланып сынақ өткізу	11
13	Сынақ хаттамасы	13
14	Әдістің дәлдігі және ауытқуы	13
	А.1 қосымшасы (міндетті) Аспап	15
	А.2 қосымшасы (міндетті) Аппаратураның жұмыс істеуін тексеру	20
	Х.1 қосымшасы (ақпараттық) Тұтану температурасының «бүркемелену» құбылысы	24
	Х.2 қосымшасы (ақпараттық) Қоспалардың тұтану және жалындау температурасын анықтау	25
	Е қосымшасы (ақпараттық) Түрлендірілген ұлттық стандарттың техникалық ауытқуларының тізбесі	26

Кіріспе

Сыналатын өнімнің тұтану температурасын анықтаудың осы әдісінде талап етілетін дәлдікті қамтамасыз ету үшін берілген жылдамдықпен арттырады. Алайда, қыздыру жылдамдығының реттелуі әрқашан кейбір материалдардың төменгі жылу өткізгіштігі нәтижесінде талап етілетін сынақ дәлдігін қамтамасыз етпейді. Барынша төмен қыздыру жылдамдығын қолданатын тұтанғыштықты алдын ала бағалау әдісіне ASTM D 3941 әзірленген. ASTM D 3941 берілген әдіс сұйықтықтың үстіндегі будың және сұйықтықтың шамамен бірдей температурасы болатын кезде теңестірілетінге жуық жағдайда сынақтар өткізуді көздейді. Егер мұнай өнімдеріне арналған стандартта ASTM D 56 берілген әдіс бойынша сынақ көзделген болса, ASTM D 3941 берілген әдісті қолданбау немесе басқа әдістер бойынша сынақ өткізбеу керек. Тұтану температурасының мәні аспаптың құрастырылымына, оны пайдалану шарттарына және қолданылатын анықтау әдісіне байланысты. Сондықтан тұтану температурасын стандартталған сынақ әдісі бойынша ғана анықтауға болады және көзделген сынақ әдісінен ерекшеленетін сынақ жабдығын немесе әртүрлі сынақ әдістерін пайдаланған кезде алынатын нәтижелер арасында арақатынас орнатуға болмайды.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАГА ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРЫНДА ТҰТАНУ ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСІ

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

1.1 Осы стандарт қолмен және автоматты басқарылатын аспаптарда жабық отбақырды пайдаланып, 40 °С (104 °F) температура кезінде тұтқырлығы 5,5 мм^2/с сантиСтокс (бұдан әрі - сСт) кем немесе 25 °С (77 °F) температура кезінде 9,5 мм^2/с (сСт) кем сұйық мұнай өнімдерінің тұтану температурасын анықтау әдісін белгілейді. Осы стандарт тұтану температурасы 93 °С (200 °F) төмен сұйықтықтар үшін қолданылады.

1.1.1 Тұтқырлығы 40 °С (104 °F) температура кезінде 5,5 мм^2/с (сСт) немесе 25 °С (77 °F) тұтқырлығы кезінде тұтқырлығы 9,5 мм^2/с (сСт) немесе артық 93 °С (200 °F) немесе жоғары тұтану температурасымен сұйықтықтардың, сондай-ақ бетінде үлдір түзетін немесе қатты жүзгін бөлшектер болатын сұйықтықтардың жабық отбақырда температурасын анықтау үшін ҚР СТ ИСО 2719 бойынша әдісті пайдаланады.

1.1.2 Тотықтырылған битумдар үшін ASTM D 1310 және ASTM D 3143 анықтау әдістерін қолданады.

ЕСКЕРТПЕ: АҚШ Кәлік министрлігі (RSTA) 2 және АҚШ Еңбек министрлігі (OSHA) тұтану температурасы 37,8 °С (100 °F) төмен сұйықтықтың тез тұтанғыш болып табылатынын анықтады. Бұл тұтқырлығы 40°С (104°F) температура кезінде 5,5 мм^2/с (сСт) кем немесе 25 °С (77 °F) температура кезінде 9,5 мм /с (сСт) немесе кем болатын сұйықтықтар, сондай-ақ қатты жүзгіш бөлшектер болмайтын және сынақ уақытында үлдір түзбейтін сұйықтықтар үшін осы стандарты әдісі бойынша анықталды. Тұтану температурасы бойынша жанғыш сұйықтықтардың басқа топтары аталған әдіс пайдаланылып анықталды.

1.2 Осы әдіс материалдардың, өнімдердің немесе зертхана жағдайларында бақыланатын қыздыру және жандыру кезінде олардың құрамына кіретін құрауыштарының қасиеттерін анықтау және сипаттау үшін пайдаланылуы мүмкін, бірақ нақты жағдайларда материалдардың, өнімдердің немесе олардың құрамына кіретін құрауыштарының жануы кезіндегі қаупін немесе тұтануы кезіндегі тәуекелін анықтау немесе бағалау үшін пайдаланыла алмайды. Дегенмен, осы әдіс бойынша сынау кезінде алынған нәтижелерді өнімді түпкі пайдалану кезінде тәуекелді бағалауға жататын барлық факторларды ескеретін тұтанудың пайда болу қаупін бағалау үшін пайдалануға болады.

1.3 Осы стандарт ҚР СТ ИСО 2719, ҚР СТ ASTM D3828-2013, ASTM D 1310 ASTM D 3278 және ASTM D 3941 стандарттарымен әзара байланысты.

1.4 ӘЖ бірліктерінде әрнектелген мәндер стандарттық болып саналады. Жақшаларда кәрсетілген мәндер анықтамалық болып табылады.

1.5 **АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ!** Сынапты орталық жүйке жүйесінің, бүйрек пен бауырдың зақымдануын тудыруы мүмкін қауіпті материал ретінде кәптеген реттеуші органдар анықтаған болатын. Сынап немесе оның булары денсаулық және материалдардың жемірілуі үшін қауіпті болуы ықтимал. Құрамында сынап болатын әніммен және сынаппен жұмыс жасағанда сақтық шараларын сақтау керек. HTTP сайтында бәлшектер жіне EPA үшін (MSDS) материалдарының қауіпсіздігі бойынша қараңыз:/ / gost.e-ecolog.ru :урий / faq.htm- қосымша ақпарат үшін. Пайдаланушылар сынапты және/немесе құрамында сынап болатын әнімдерді сатуға қоршаған ортаны қорғау саласындағы заңнамамен тыйым салынғаны туралы хабардар болуға тиіс.

1.6 Осы стандарттың мақсаты оны қолданумен байланысты барлық қауіпсіздік проблемаларын қарастыру болып табылмайды. Осы стандартты пайдаланушыға қауіпсіздік техникасын сақтау, денсаулықты қорғау үшін жауапкершілік жүктеледі және оны қолдануға дейінгі реттеуші шектеулерді пайдалану қажеттігін анықтайды. Ерекше ескертулер 8.2 және 8.3, 9.5, 12.5, сондай-ақ материалдардың қауіпсіздігі жәніндегі анықтамалықтарда берілген.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет. Күні қойылмаған сілтемелер үшін сілтемелік құжаттың соңғы басылымын қолданады (оның барлық әзгерістерін қоса алғанда).

2.1 Стандарттар:

ҚР СТ ИСО 2719-2005 Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбақырмен Мартенс –Пенскийдің аспабы пайдаланылатын әдіс.

ҚР СТ ИСО 3170-2006 Мұнай және мұнай әнімдері. Сынамаларды қолмен іріктеу әдістері.

ҚР СТ ASTM D3828-2013 Шағын әлшемдегі жабық тигельде тұтану температурасын анықтау әдістері.

ҚР СТ ASTM D6300-2013 Мұнай әнімдері және майлау заттары үшін тестілеу әдістерінде пайдаланылатын дәлдік пен дәлсіздікті анықтауға арналған нұсқау.

ҚР СТ ASTM D6299-2013 Жүйе әнімділігіне талдамалық шараларды бағалау үшін әнімге статистикалық талдаулар мен бақылау жұмыстарының әдістерін қолдануға арналған нұсқау.

ASTM D 1310:2007 Test Method for Flash Point and Fire Point of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus (Ашық отбақыры бар Тага қондырғысында

сұйықтықтардың тұтану температурасын және жану температурасын анықтау әдісі).

ASTM D 3143:2008 Test Method for Flash Point of Cutback Asphalt with Tag Open-Cup Apparatus (Ашық отбақыры бар Тага қондырғысында тотықтырылған битумдардың тұтану температурасын анықтау әдісі).

ASTM D 3278:2011 Test Methods for Flash Point of Liquids by Small Scale Closed-Cup Apparatus (Межелігі аз жабық отбақыры бар қондырғыда сұйықтықтардың тұтану температурасын анықтау әдістері).

ASTM D 3941:2007 Test Method for Flash Point by the Equilibrium Method With a Closed-Cup Apparatus (Жабық отбақыры бар қондырғыда тепе-теңдік жағдайында тұтану температурасын анықтау әдісі).

ASTM E 1:2013 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers (ASTM әйнекті сұйық термометрлеріне қойылатын техникалық талаптар).

ASTM E 502:2013 Test Method for Selection and Use of ASTM Standards for the Determination of Flash Point of Chemicals by Closed Cup Methods (Жабық отбақыр қолданылатын әдістермен химиялық әнімдердің тұтану температурасын анықтау үшін ASTM стандарттарын таңдау және пайдалану жөніндегі нұсқау).

2.2 Сынақ әдістеріне арналған федералдық стандарттар[1)]

Method 1101, Federal Test Method Standard No. 791b (№ 791b Сынақ әдісіне арналған федералдық стандарт).

Method 4291, Federal Test Method Standard No. 141A (№ 141A Сынақ әдісіне арналған федералдық стандарт).

2.3Стандарты ISO[2)]:

Guide 34:2009 General Requirements for the Competence of Reference Material Producers ИСО 34 нұсқауы Эталондық материалдар әндіру бойынша сапа жүйелері).

Guide 35:2006 Certification of Reference Materials—General and Statistical Principles (ИСО 35 нұсқауы Эталондық материалдарды сертификаттау. Жалпы және статистикалық ұстанымдар).

3 Терминология

Осы стандартта тиісті анықтамалары бар мынадай терминдер қолданылады:

[1] Government Printing ұйымындағы құжаттар бөлімінен алуға болады, Вашингтон DC 20402.

[2] Америка ұлттық стандарттар институтынан алуға болады (ANSI), 25 W, 43-кәше, 4-қабат, Нью-Йорк, NY 10036.

3.1 Анықтамалар

3.1.1 тұтану температурасы: Тұтандыру құрылғысын қолдану берілген сынақ жағдайында сыналатын сынама буларының тұтануын тудыратын 101,3

кПа (760 мм сын. бағ.) барометрлік қысымға бағытталған ең төменгі температура.

3.1.1.1 Егер ол пайда болған соң жалын сұйықтықтың барлық бетіне лезде таралатын болса, сыналатын сынама тұтанған болып саналады.

3.1.1.2 Егер тұтандыру құралы жалын түзетін болса, оның кәгілдір сәулесі және тұтану температурасына жеткенге дейінгі ұлғайтылған кәлемдері болуы мүмкін. Бұл тұтанған болып саналмайды және сынақ нәтижелеріне назар салмау керек.

3.2 Осы стандартта белгіленген терминдер анықтамалары

3.2.1 Динамикалық (теңестірілмеген) жағдайлар: Аспаптағы сыналатын сынаманың үстіндегі будың және сынаманың әзінің тұтандыру құрылғысын қолдану уақытында әртүрлі температурасы болатын кездегі тұтану температурасын анықтау жағдайы.

3.2.1.1 Мұндай жағдайлар берілген тұрақты жылдамдықпен сыналатын сынаманы қыздырған кезде сыналатын сынаманың температурасына қатысты бу температурасының кешігіп орын алатындықтан пайда болады. Сынақ нәтижесінде алынатын тұтану температурасы аталған әдістің әндірімділік шегінде болады.

3.2.2 Тұтану температурасын немесе сынақ әдісін анықтауға арналған аспаптағы теңестірілетін жағдайлар: Сыналатын сынаманың үстіндегі будың және сынаманың әзінің тұтандыру құрылғысын қолданған кезде бір ғана температурасы болатын жағдай.

3.2.2.1 Сынама температурасы оның әртүрлі нүктелерінде бірдей болмайтындықтан, мұндай жағдайға практикада қол жеткізу мүмкін емес, ал сынақ аспабының тұрқы мен қақпағының барынша тәмен температурасы болады.

4 Әдістің мәні

4.1 Сыналатын сынаманы аспаптың отбақырына салады және жабық қақпақ кезінде тұрақты жылдамдықпен баяу қыздырады. Бірдей уақыт аралығында тұтандыру құрылғысын отбақырға әкеліп салады. Тұтандыру құрылғысы сыналатын сынаманың үстіндегі будың жалындауын тудыратын кездегі ең төменгі температураны тұтану температурасы деп санайды.

5 Әдістің мәні және қолданылуы

5.1 Тұтану температурасы әнімнің бақыланатын зертхана жағдайларында ауамен бірге жалындау қоспасын түзу қабілетін сипаттайды. Тұтану температурасы материал жанғыштығының қаупін бағалау кезінде ескерілуі керек кәрсеткіштердің бірі болып табылады.

5.2 Тұтану температурасы туралы мәліметтерді тұтанатын жанғыш

әнімдердің сипаттамасы үшін жүктерді тасымалдау және қауіпсіздік жөніндегі нұсқаулықтарды әзірлеген кезде пайдаланады. Белгілі бір жанғыштық тобына әнімді жатқызу туралы мәліметтерді тиісті құжаттардан табуға болады.

5.3 Тұтану температурасы ұшпа емес немесе тұтанбайтын әнімге қатысты ұшпалығы жоғары және тұтанғыш құрауыштар туралы растай алады. Мысалы, жермай сынамасының тән емес төменгі тұтану температурасы бензин қоспасының қосылғандығын көрсете алады.

6 Қолмен басқарылатын аспап

6.1 Жабық отбақыры бар Тага аспабы – Аспап 1-суретте берілген, аспаптың сипаттауы А.1 қосымшасында берілген .

6.2 **Экран** – Алдыңғы жағынан ашық болатын ені 460 мм және биіктігі 610 мм экранды пайдалану ұсынылады.

6.3 **Термометрлер** – Отбақыр үшін 1-кестеге сәйкес термометрлердің біреуін пайдаланады. Ванна үшін қажетті әлшеу ауқымындағы ашық межелігі бар кез келген қолайлы термометрді пайдаланады. Отбақырға арналған сияқты типтегі термометрді пайдаланған ыңғайлырақ.

ЕСКЕРТПЕ: ASTM талаптарына сәйкес келетін термометрлердің орнына Мұнай институтының талаптарына сәйкес келетін термометрлерді пайдалануға болады (IP 15C PM-Low термометрі).

7 Сынамаларды іріктеу

7.1 Тұтану температурасының аса кәтеріңкі мәндерін ұшпа әнімдердің кемуіне әкелетін сақтық шаралары сақталмаған кезде алады. Ұшпа әнімдердің кемуін және ылғалдың түсуін болдырмау мақсатында, егер бұның қажеті болмаса, жүксауыттарды ашпау керек. Сынаманың орнын ауыстыруды сынама температурасы болжанатын тұтану температурасынан 10 °C (18 °F) төмен болғанша іске асырмау керек. Мүмкіндігінше, тұтану температурасын анықтау сынамада әткізілетін алғашқы сынақ болуға тиіс, сондықтан сынама төменгі температурада сақталуға тиіс.

7.2 Тез тарағыш әнімдер тұрқының қабырғалары арқылы жентектелетін болғандықтан, газ әткізгіш материалдардан дайындалған жүксауыттарда сынамаларды сақтауға жол берілмейді. Саңылаулы жүксауыттарда болатын сынамалар сынақтар кезінде сенімді нәтижелер көрсетпейді.

1-кесте – Термометрлер

Термометр[A] ASTM	Сынаққа арналған термометрді белгілеу		
	4 °С (40 °F) төмен температура кезінде	4 °С бастап 49 °С (40 °F - 120 °F) дейінгі температура кезінде	49 °С (120 °F) жоғары температура кезінде
	57 °С немесе (57F)	9 °С немесе (9F) 57 °С немесе (57F)	9 °С немесе (9F)
[A]Термометрлерге қойылатын техникалық талаптар ASTM E 1 техникалық шарттарында берілген.			

7.3 Әрбір сынаққа арналған сынаманың көлемі кемінде 50 мл болуға тиіс. Сынамаларды ҚР СТ ИСО 3170 талаптарына сәйкес іріктеп алады.

8 Қолмен басқарылатын аспапты дайындау

8.1 Аспапты ортнықты тегіс үстіңгі бетке орнатады, мысалы, үстелде. Егер сынақтарды байқалатын ауа қозғалысы орны алатын үй-жайда әткізсе, аспапты үш жағынан ауа қозғаласынан қорғау үшін экранмен қоршайды. Тарту шкафына немесе желдеткіштергетікелей жақындықта сынақтар әткізбеу керек.

8.2 Тұтандыру ретінде электрлік тұтандырғышы бар табиғи және сұйытылған газ жалынын пайдалану ұсынылады. (**АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ!** Аспапқа берілетін газ қысымы 3 кПа аспауға тиіс .

8.3 13 °С (55 °F) төмен немесе 60 °С (140 °F) жоғары тұтану температурасын анықтаған кезде ваннаға арналған сұйықтық ретінде 1 : 1 арақатынасындағы су мен этиленгликоль қоспасын пайдаланады. (**АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ!** Этиленгликоль - у. Ағзаның ішінде ішіне түскен кезде аса қауіпті. Булары зиянды. Теріге тиіп кетуін болдырмау керек).

13 °С (55 °F) бастап 60 °С (140 °F) дейін қоса алғандағы ауқымда тұтану температурасын анықтаған кезде ваннаға арналған сұйықтық ретінде суды не су мен этиленгликоль қоспасын пайдалануға болады. Сынақ отбақырындағы сынаманың орнын ауыстырған кезде ваннадағы сұйықтықтың температурасы әнімнің болжанатын температурасынан кемінде 10 °С (18 °F) төмен болуға тиіс. Оған құрғақ мұз салу арқылы (қатты кәмірсу диоксиді) ваннадағы сұйықтықтыты салқындату ұсынылмайды.

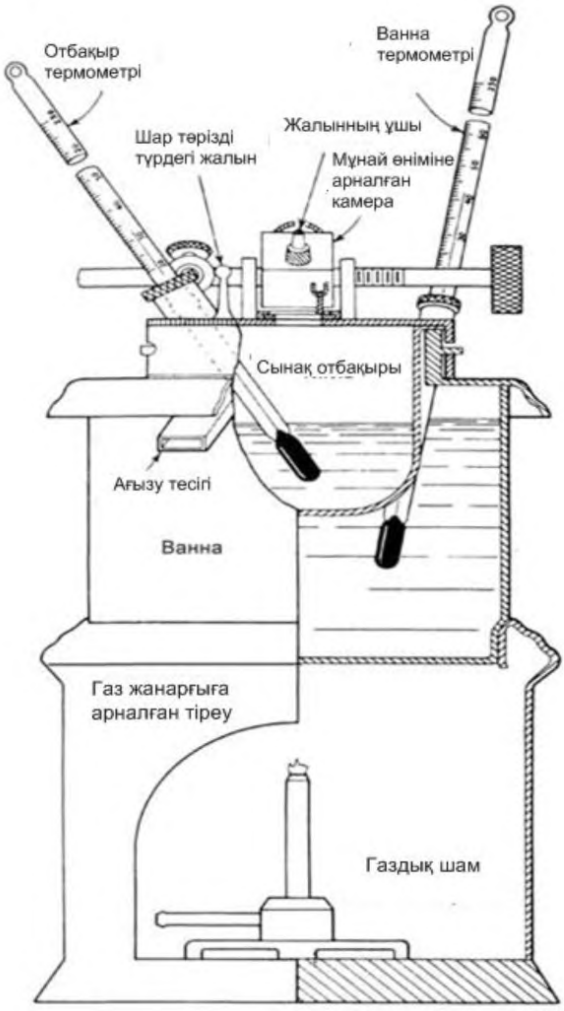
ЕСКЕРТПЕ: Температураның берілген жылдамдығының артуының сақталуымен және аспап қақпағында мұздың түзілуімен байланысты ықтимал қиындықтардың

туындауы салдарынан 0 °C (32 °F) төмен тұтану температурасымен сынамаларды сынаудың осы әдісінің нәтижелері сенімсіз болуы мүмкін. Қозғалмалы элементте (қақпақта) мұздың пайда болуынан туындайтын қиындықтарды элементті жоғары вакуумды силиконды майлаумен мұқият майлау арқылы барынша азайтуға болады.

8.4 Қолмен басқарылатын аспаптың (немесе автоматты түрде басқарылатын аспаптың, 11.2.3 қараңыз) жұмыс істеуін аттестатталған стандарттық үлгілердің (CRM) тұтану температурасын анықтау арқылы жылына бір реттен сирек етпей тексереді, мысалы, тұтану температурасы сынамалатын сынамалардың болжанатын тұтану температурасына жуық А.2 қосымшасында берілгендердің. Стандарттық үлгілерді осы стандарттың әдісі бойынша, ал тұтану температурасының қадағаланатын мәндерін 9.5 бойынша сынайды, барометрлік қысымға бағытталып дұрысталуға тиіс (13-бөлім). Тұтану температурасының алынған мәндері аталған стандарттық үлгілер үшін А2.1 кестесінде немесе кестеде берілмеген стандарттық үлгілер үшін есептелген мәндердің ауқымы шегінде болуға тиіс (А.2 қосымшасы).

8.5 Аспаптың жұмыс істеуін тексерген соң қайталама жұмыстық қоспалардың (SwSs) тұтану температурасының олардың шекті бақылау мәндеріне сәйкестігі анықталуы мүмкін. Осы қайталама жұмыстық қоспаларды кейін кезекті тексерулерде пайдалануға болады (А.2 қосымшасы).

8.6 Егер анықталған тұтану температурасының мәндері 8.4 немесе 8.5 кәрсетілген мәндер ауқымына түспейін болса, аспаптың А.1 қосымшасында берілген талаптарға сәйкестігіне және бірінші кезекте қақпақтың саңылаусыздығына (А.1.1.3 қараңыз) кәз жеткізу мақсатында, қақпақтың жұмысының, тұтандыру құрылғысының орналасуын (А.1.1.3.3) және термометрдің орналасу бұрышының (А.1.1.3.4 қараңыз) жай-күйін және жұмысын тексереді. Кез келген реттеуді жүргізген соң, аталған сынақ әдісінің барлық талаптарын орындай отырып және сыналатын жаңа сынаманы пайдалана отырып, 8.4 берілген сынақты қайталайды.



1-сурет – Тұтану температурасын анықтауға арналған жабық отбақыры бар қолмен басқарылатын Тага аспабы

9 Қолмен басқарылатын аспапты пайдаланып сынақ әткізу

9.1 Әлшемделген цилиндрді пайдалана отырып және деңгей таңбасынан жоғары отбақыр қабырғасының сулануына жол бермей, (50 ± 0,5) мл сұйықтықты әлшеп алады және сынаманы отбақырға салады. Қажет болған кезде сынаманы және әлшемделген цилиндрді ертерек анықтаған кезде сыналатын сынаманың температурасы тұтану температурасы (27 ± 5) °С [(80 ± 10) °F] құрайтындай және 10 °С (18 °F) қарағанда кемінде болжанатын

тұтану температурасынан кем төмен болатындай етіп салқындатады (олардың қайсысының төмен болатындығына байланысты). Сыналатын сынаманы жүксауыттан цилиндрге және цилиндрден сынақ отбақырына ауыстыратын уақытта болжанатын тұтану температурасынан кемінде 10 °С (18 °F) қарағанда кем болатын төмен температурасын ұстап тұру әте маңызды. Пышақтың ұшымен немесе ыңғайлы затпен сыналатын сынаманың үстінен су көпіршіктерін кетіреді. Ылғал сіңіретін таза шүберекпен немесе сулықпен қақпақтың ішкі бетін құрғатып сүртеді, содан соң ваннаның дәңгелек шығыңқысында термометрі бар қақпақты бекітеді.

9.2 Қақпақта сынақ жалынын (егер пайдаланылатын болса) жағады және оны нысан бойынша кішкентай шарға жақын болатындай етіп реттейді. Қақпақтағы тетік арқылы жағу құрылғысын отбақырдың булар болатын бәлігіне апарады және кешіктірмей дереу апарады. Осы операцияны орындау үшін қажетті уақыт жалынды апару және шығару үшін уақыт кезеңі бірдей болатын жағдайда 1 с құрауға тиіс. Жағу құрылғысын түсіру және кәтеру бойынша операция кідіртілмей орындалуға тиіс. Егер жағу құрылғысын бастапқы түсіру кезінде тұтану байқалатын болса, сынақты тоқтатады және нәтижесін ескермейді. Мұндай жағдайда жаңа сынаманы сынаманың бастапқыда белгіленген температурасынан төмен 10 °С (18 °F) қосымша салқындату қажет.

9.2.1 Сынақ жалынына абайлап қарау керек. Егер жалын сәнетін болса, сынаманың тұтануы болмайды және булармен кеңістікке келіп түсетін газ нәтижеге әсер етуі мүмкін. Жалын егер уақытынан бұрын сәніп қалса, сынақты дереу тоқтату керек және осы анықтау нәтижесін есепке алмайды.

9.3 60 °С (140 °F) төмен тұтану температурасы

Егер сынаманың тұтану температурасы 60 °С (140 °F) төмен екендігі белгілі болса, сынаманы оның температурасы 1 °С/мин ± 6 с (2 °F/мин ± 6 с) кәтерілетіндей етіп қыздырады. Отбақырдағы сыналатын сынаманың 5 °С (10 °F) температурасы болжанатын тұтану температурасынан төмен болса, тұтандыру құрылғысы арқылы сынаманы жағуды 9.2 сипатталған сияқты етіп әткізеді және сыналатын сынама температурасы кәтерілуінің әрбір 0,5 °С (1 °F) сайын қайталайды.

9.4 60 °С (140 °F) немесе жоғары тұтану температурасы

Егер сынаманың тұтану температурасы 60 °С (140 °F) немесе жоғары екендігі белгілі болса, қыздыруды сыналатын сынаманың температурасы 3 °С/мин ± 6 с (5 °F/мин ± 6 с) жылдамдықпен кәтерілетіндей етіп реттейді. Сыналатын отбақырдағы сыналатын сынаманың температурасы оның болжанатын тұтану температурасынан 5 °С (10 °F) төмен болатын кезде, тұтандыру құрылғысы арқылы сынаманы жағуды 9.2 сипатталған сияқты етіп әткізеді және сыналатын сынама температурасының әрбір 1 °С (2 °F) кәтерілуі сайын қайталайды.

9.5 Тұтандыру құрылғысы арқылы сынаманы жаққан кезде 3.1.1 сипатталған сияқты іштегі анық шыққан жалын түзеледі, байқалатын температура мәнін сыналатын сынаманың тұтану температурасының мәнін жазып алады.

Нақты тұтануы алдында тікелей кейде тұтандыру құрылғысын қоршайтын кәгілдір сәулемен осы тұтануды шатастырмау керек. (**АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ!** Кейбір құрамында галоген болатын кәмірсулар қоспалары үшін, мысалы, хлорлы метилен немесе три- хлорэтилен, анықталғандай, айқын тұтану байқалмайды. Сынақ жалынының айтарлықтай артуының (сәулесіз) орнына, сынақ жалыны түсінің кәгілдірден қызғылт сарыға әзгеруі болады. Қоршаған орта температурасынан асатын температура кезінде осындай сынамаларды сынау және ұзақ қыздыру әрттің туындау қаупін арттыратын сынақ отбақырының шегінен шығатын булардың жануына әкелуі мүмкін (Х.1 және Х.2 қосымшалары).

9.6 Сынақты тоқтатады және тұтандыру құрылғысын жинайды. Қақпақты кәтеріп, термометр шарын сүртеді. Отбақырды алып, ішіндегісін тәгеді және отбақырды кептіріп сүртеді.

9.7 Егер тұтандыру құрылғысының алғашқы апарудан бастап тұтану температурасын анықтағанға дейінгі сынақ әткізудің кез келген сәтінде сыналатын сынама температурасының арту жылдамдығы талапетілетін жылдамдыққа сәйкес келмейтін болса, сынақты тоқтатады, осы анықтау нәтижесін есепке алмайды. Сынақты кейін қыздыру құрылғысын температураның қажетті арту жылдамдығына қол жеткізетіндей етіп реттей немесе болжанатын тұтану температурасының мәнін немесе екеуін де пайдалана отырып, қайталайды.

9.8 Бұрын пайдаланылған сынаманы қайта пайдалануға жол берілмейді. Қайта сынау үшін тек қана жаңа сынаманы пайдалану қажет.

10 Автоматты түрде басқарылатын қондырғы

10.1 Тұтану температурасын анықтау үшін соның кәмегі арқылы 9-бәлімге сәйкес сынақ әткізуге болатын автоматты басқаруы бар осындай құрылғыны пайдаланады. Қондырғыда газ жанарғы немесе электрлік электрод жағушы электрод пайдаланылуы мүмкін. Отбақыр кәлемдері мен қақпақтар А.1.1 және А.1.2 суреттерінде кәрсетілген.

10.6 Тұтану температурасы тәмен сынамаларды сынау үшін қыздыру ваннасы үшін салқындату жүйесі талап етілуі мүмкін.

11 Автоматты басқаруы болатын қондырғыны дайындау

11.1 Аспапты айтарлықтай ауа қозғалысы болмайтын үй-жайда орнықты тегіс бетке, мысалы үстелде, орнатады. Қондырғыны ауа қозғалысынан қалқамен қорғау жақсы практика болып табылады, бірақ талап емес.

11.6 Автоматты түрде басқарылатын қондырғыны пайдаланушы жабдықты калибрлеу, салыстырып тексеру және жұмыс істеуіне қатысты дайындаушының мынадай нұсқаулықтарын сақтауға тиіс.

11.2.1 Детектрлеу жүйесін дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес ретке келтіреді.

11.2.2 Температураны әлшеу құрылғысын дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес калибрлейді.

11.2.3 Автоматты түрде басқарылатын қондырғының жұмыс істеуін аттестатталған стандарттық үлгінің (CRM) тұтану температурасын анықтау арқылы жылына бір реттен сирек етпей тексереді, мысалы, тұтану температурасы сынамалатын сынамалардың болжанатын тұтану температурасына жуық А.2 қосымшасында берілгендердің. Стандарттық үлгілерді осы стандарттың әдісі бойынша, ал тұтану температурасының қадағаланатын мәндерін 9.5 бойынша сынайды, барометрлік қысымға бағытталып дұрысталуға тиіс (13-бәлім). Тұтану температурасының алынған мәндері аталған стандарттық үлгілер үшін А2.1 кестесінде немесе кестеде берілмеген стандарттық үлгілер үшін есептелген мәндердің ауқымы шегінде болуға тиіс (А.2 қосымшасы).

11.2.4 Аспаптың жұмыс істеуін тексерген соң қайталама жұмыстық қоспалардың (SwSs) тұтану температурасының олардың шекті бақылау мәндеріне сәйкестігі анықталуы мүмкін. Осы қайталама жұмыстық қоспаларды кейін кезекті тексерулерде пайдалануға болады (А.2 қосымшасы).

11.2.5 Егер анықталған тұтану температурасының мәндері 11.2.3 немесе 11.2.4 кәрсетілген мәндер ауқымына түспейін болса, аспаптың А.1 қосымшасында берілген талаптарға сәйкестігіне және бірінші кезекте қақпақтың саңылаусыздығына (А.1.1.3 қараңыз) көз жеткізу мақсатында, қақпақтың жұмысының, тұтандыру құрылғысының орналасуын (А.1.1.3.3) және термометрдің орналасу бұрышының (А.1.1.3.4 қараңыз) жай-күйін және жұмысын тексереді. Кез келген реттеуді жүргізген соң, аталған сынақ әдісінің барлық талаптарын орындай отырып және сыналатын жаңа сынаманы пайдалана отырып сынақты қайталайды (11.2.3 қараңыз).

12 Автоматты түрде басқарылатын қондырғыны пайдаланып сынақ әткізу

12.1 Егер бұл талап етілетін болса, сыртқы салқындату жүйесін болжанатын тұтану температурасынан 10 °С төмен болған температураға дейін ванна сұйықтығын салқындату үшін реттейді.

12.2 Қондырғыға қажетті күйінде сыналатын отбақырды қояды.

12.3 Болжанатын тұтану температурасы туралы деректер енгізеді; бұл қыздыру ваннасы бетінің талап етілетін минималды бастапқы температураға дейін салқындатылуына мүмкіндік береді.

1-ЕСКЕРТПЕ: Егер сыналатын сынаманың температурасы тәмен болса, тиісті қыздыру жылдамдығын белгілеу үшін отбақыр мен қақпақты алдын ала салқындату ұсынылады. Бұл үшін қақпағы бар отбақырды жинағымен бағдарламаланған болжанатын тұтану температурасынан 10 °С (18 °F) тәмен салқындатылған құрылғыға салады.

2-ЕСКЕРТПЕ: «Белгісіз тұтану температурасы» режимінде анықталған тұтану температурасының мәнін жуықтамалы ретінде қарастыру керек. Бұл мәнді қондырғының жұмыс істеуінің стандарттық режимінде сыналатын жаңа сынаманы сынаған кезде болжанатын тұтану температурасы ретінде пайдалануға болады.

12.4 Әлшемделген цилиндрді пайдалана отырып және деңгей таңбасынан жоғары отбақыр қабырғасының суланууына жол бермей, (50 ± 0,5) мл сұйықтықты әлшеп алады және сынаманы отбақырға салады. Қажет болған кезде сынаманы және әлшемделген цилиндрді ертерек анықтаған кезде сыналатын сынаманың температурасы тұтану температурасы (27 ± 5) °С [(80 ± 10) °F] құрайтындай және 10 °С (18 °F) қарағанда кемінде болжанатын тұтану температурасынан кем тәмен болатындай етіп салқындатады (олардың қайсысының тәмен болатындығына байланысты). Сыналатын сынаманы жүксауыттан цилиндрге және цилиндрден сынақ отбақырына ауыстыратын уақытта болжанатын тұтану температурасынан кемінде 10 °С (18 °F) қарағанда кем болатын тәмен температурасын ұстап тұру әте маңызды. Пышақтың ұшымен немесе ыңғайлы затпен сыналатын сынаманыңүстінен су кәпіршіктерін кетіреді. Ылғал сіңіретін таза шүберекпен немесе сулықпен қақпақтың ішкі бетін құрғатып сүртеді, содан соң ваннаның дәңгелек шығыңқысында термометрі бар қақпақты бекітеді. Егер олармен қондырғы жарақталған болса тұтандыру құрылғысының ысырмасы мен белсендіргішін, тұрқымен қақпақты жалғайды. Газ жанарғыны пайдаланған кезде оны жағады және жалынды оның диаметрі 4 мм болатындай етіп реттейді. Егер қондырғы электрлік тұтандыру қондырғымен жарақталған болса, оны дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес ретке келтіреді. Жағу құрылғысын түсіру және кәтеру бойынша операция кідіртілмей орындалуға тиіс. Егер жағу құрылғысын бастапқы түсіру кезінде тұтану байқалатын болса, сынақты тоқтатады және нәтижесін ескермейді. Мұндай жағдайда жаңа сынаманы сынаманың бастапқыда белгіленген температурасынан тәмен 10 °С (18 °F) қосымша салқындату қажет.

3-ЕСКЕРТПЕ: Тұтану температурасын анықтау жүйесін немесе температураны әлшеу құрылғысын бүлдіріп немесе жайпап тастамау үшін, қақпақты тазартқанда немесе орнатқанда абайлау керек. Қондырғыны тиісінше күтіп-ұстау және сақтау бойынша дайындаушының нұсқаулықтарын орындау қажет.

12.5 Қондырғы автоматты түрде осы стандарт әдісінде белгіленген сынақтың әткізілуін бақылайды. Тұтану пайда болған кезде аспап температураны тіркейді және сынақты автоматты түрде тоқтатады. Егер тұтандыру құрылғысын алғашқы қолданған кезде ұшқын пайда болатын

болса, сынақты тоқтатады, осы анықтау нәтижесін есепке алмайды және сынақты жаңа сынамамен қайталайды. (**АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ!** Кейбір құрамында галоген болатын кәмірсулар қоспалары үшін, мысалы, хлорлы метилен немесе три- хлорэтилен, анықталғандай, айқын тұтану байқалмайды. Сынақ жалынының айтарлықтай артуының (сәулесіз) орнына, сынақ жалыны түсінің кәгілдірден қызғылт сарыға әзгеруі болады. Қоршаған орта температурасынан асатын температура кезінде осындай сынамаларды сынау және ұзақ қыздыру әрттің туындау қаупін арттыратын сынақ отбақырының шегінен шығатын булардың жануына әкелуі мүмкін (Х.1 және Х.2 қосымшалары).

12.6 Қондырғы қауіпсіз температураға дейін салқындатылатын кезде [55 °С төмен (130 °F)], қақпағын алып, отбақырды шығарады, қондырғыны дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес тазартады.

13 Сынақ хаттамасы

13.1 Барометрлік қысымға түзету. Сынақ әткізу уақытында және орнында барометрлік қысымның мәнін әлшеп жазып алады. Егер қысым 101,3 кПа (760 мм сын.бағ.) мәнінен ерекшеленетін болса, стандарттық барометрлік қысымға түзетіп тұтану температурасын есептейді:

1 Түзетілген тұтану температурасы = C + 0,25 (101,3 - р)

2 Түзетілген тұтану температурасы = F + 0,06 (760 - Р) (1)

3 Түзетілген тұтану температурасы = C + 0,033 (760 - P),

мұндағы,

C – тіркелген тұтану температурасы, °С;

F - тіркелген тұтану температурасы, °F; p – барометрлік қысым, кПа;

P – барометрлік қысым, мм сын. бағ.

13.2 Есептеулерде пайдаланылатын барометрлік қысым – бұл сынақ уақытындағы зертханадағы атмосфералық қысым. Кейбір, мысалы, метеорологилық стансалар мен әуежайларда пайдаланылатын анероидты барометрлер теңіз деңгейінде кәрсеткіштерді түсіріп алу үшін алдын ала түзетілген. Мұндай барометрлердің кәрсеткіштерін пайдаланбайды.

13.3 Сынақ хаттамасында 0,5 °С (немесе 1 °F) дейінгі дәлдікпен түзетілген тұтану температурасын кәрсетеді.

14 Әдістің дәлдігі мен ауытқуы

14.1 95 % сенімді ықтималдықпен нәтижелер дәлдігінің кәрсеткіштерін қараған кезде мынадай критерийлерді пайдаланады:

14.1.1 Сынақ әдісін дұрыс анықтаған кезде ұзақ уақыт бойы бірдей сыналатын әнімде бірдей жағдайларда бір ғана жабдықта бір ғана оператор алатын тізбектік сынақ нәтижелері арасындағы ұқсастық-айырмашылық

жиырма жағдайдың біреуінде ғана мынадай мәндерден асатын болады:

Тұтану температурасы, °С (°F)	Ұқсастық, °С (°F)
60 °С (140 °F) төмен	1,2 °С (2,0 °F)
60 °С (140 °F) және жоғары	1,6 °С (3,0 °F)

14.1.2 Сынақ әдісін дұрпыс анықтаған кезде ұзақ уақыт бойы бірдей сыналатын әнімде әртүрлі зертханаларда жұмыс істейтін әртүрлі операторлар алатын екі жеке және тәуелсіз нәтижелер арасындағы әндірімділік-айырмашылық жиырма жағдайдың біреуінде ғана мынадай мәндерден асатын болады:

Тұтану температурасы, °С (°F)	Әндірімділік, °С (°F)
60 °С (140 °F) 60 төмен	4,3 °С (8 °F)
°С (140 °F) және жоғары	5,8 °С (10 °F)

14.2 Тага аспабында аталған әдіс жағдайында ғана тұтану температурасын анықтауға болатындықтан, осы стандарт әдісінен ауытқуды-ауытқуды анықтау мүмкін болмай отыр. Әткізілген зертханаралық сынақтар қолмен және автоматты басқарылатын аспаптар арқылы тұтану температурасын анықтау нәтижелерінің дәл келетіндігін растайды. Даулы жағдай туындайтын жағдайда, тәрелік болып табылатын аспапты қолмен басқаруды қолданатын әдіс бойынша сынақ әткізілуге тиіс.

1-ЕСКЕРТПЕ: Әнімде хлор қосылған қосылыстардың және судың болуы қолмен және автоматты басқарылатын аспап арқылы алынатын нәтижелердің әрқилылығына әкелуі мүмкін. Мұндай әнімдер үшін дәлдік кәрсеткіштері қолданыла алмайды.

2-ЕСКЕРТПЕ: Дәлдік кәрсеткіштері сегіз әнім сынамасын сынауды кәздейтін бағдарламаны[1)] орындаған кезде 1991 жылы белгіленді. Он екі зертхана қолмен басқарылатын аспапты пайдаланып және он жеті зертхана – автоматты түрде басқарылатын қондырғыны пайдаланып сынақ әткізді. Сыналатын әнімдер мен олардың тұтану температураларының мәндері есепте берілген.

[1] Қосымша ақпаратты ASTM Бас басқармасында сақталатын R.R:S15-1007 есебінен табуға болады.

А қосымшасы
(міндетті)

А.1 Аспап

А 1.1 Жабық отбақыры бар Тага аспабы

А 1.1.1 Жабық отбақыры бар Тага аспабы төменде берілген талаптарға сәйкес келетін отбақырдан, тұтандыру құрылғысы бар қақпақтан және сұйықтық толтырылған ваннадан тұрады:

А 1.1.2 Отбақыр жезден және осындай жылу әткізгіштігі болатын басқа тот баспайтын металдан дайындалуға және А.1.1 суретінде кәрсетілген әлшемдері болуға тиіс.

А 1.1.3 Қақпақ

А.1.1.3.1 Тот баспайтын металдан дайындалған дәңгелек түрлі қақпақтың шамаман 15,9 мм төменге шығып тұратын шеңбері, сырғымалы ысырмасы, бір мезгілде ысырманы ашатын және тұтандыру құрылғысын басатын құрылғысы мен отбақыр термометріне арналған нығыздауыш балдақ қойылатын кәлбеу тәлкесі болады. А.1.2 суретінде қақпақтың жоғарғы тәбесі бейнеленген және ысырма арқылы ашылатын және жабылатын үш тесіктің орналасуы мен тесіктері, сондай-ақ отбақыр термометріне арналған тесіктің орналасуы мен кәлемдері кәрсетілген.

А.1.1.3.2 Қақпақ шеңбері сұйықтық толтырылған ваннаның дәңгелек шығыңқысына тығыз етіп жабысуға тиіс, оның үстіне тесіктің шамасы қақпақ ваннада болатын отбақырдың жоғарғы жағына тығыздалып жабысуы үшін 0,4 мм аспауға тиіс. Егер осы талап сақталмайтын болса, отбақыр ернеуінің астынан орналастырылған жұқа металл балдақ арқылы ваннада обақырдың тігінен орналасуына қол жеткізу қажет.

А.1.1.3.3 Ысырма ол қақпақтағы барлық үш тесіктің «жабық» күйінде жабатындай және оларды «ашық» күйінде толық ашатындай нысанда және кәлемде болуға тиіс. Жалынмен әсер етукұрылғысының шүмегі (егер мұндай құрал пайдаланылатын болса) кәлемдері бойынша А.1.1 кестесінде кәрсетілгенге сәйкес болуға тиіс. Тұтандыру құрылғысының тесікті ашатын ысырма қақпақ тесігінің ортасы арқылы әтетін кәлденң осьтен оңға қарай шамаммен 2 мм болатын нүктеде құрылғының ұштығын басатындай құрастырылымы боуға тиіс (А.1.3 суреті). Тұтандыру құрылғысын шамамен тесіктің ортасына орнатады. Егер ұштығы толық түсірілетін болса, оның тәменгі бәлігі қақпақ деңгейінен тәмен болуға тиіс.

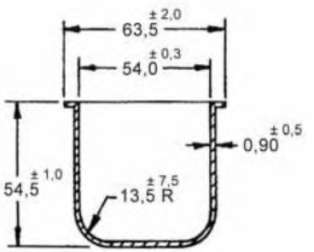
А.1.1.3.4 Отбақыр термометріне арналған нығыздағыш балдағы бар тәлкені термометр шары А1.1 кестесінде кәрсетілген арақашықтықта шамамен отбақырдың ортасында (кәлденеңінен) болатындай етіп бұрышының астынан орналастырады.

А.1.1.4 А.1.3 суретінде кәрсетілген әлшемдері болатын сұйықтыққа арналған ванна жезден, мыстан немесе тот баспайтын басқа да металдан дайындалуы мүмкін. № 20 B&S қалыңдығы 0,812 мм жайма металды

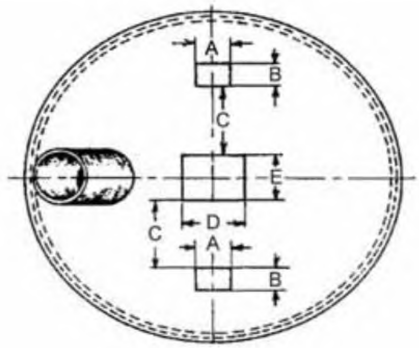
пайдаланған барынша дұрысырақ. Талап етілетін температураның сақталуын қамтамасыз ету үшін дұрысы жылу әткізгіш материалмен ваннаны қаптаған жән.

А.1.1.5 9-бәлімге сәйкес температураны қамтамасыз ететін кез келген типтегі қыздыру аспабы (электрлік, газ және т.с.с.). Трансформатормен реттелетін электрлік қыздыру аспабын пайдалану ұсынылады.

А.1.1.6 Ваннаға арналған тіреу. Электрлік қыздыру аспабын пайдаланған кезде кез келген типтегі тіреуді пайдаланады. Спирттық шам немесе газ жанарғы үшін қыздыру құрылғысын ауа қозғалысынан қорғайтын, осы стандарттың 1-суретінде берілген тіреу талап етіледі (егер сынақтар ауаның айтарлықтай қозғалысы болатын үй-жайда әткізілетін болса).

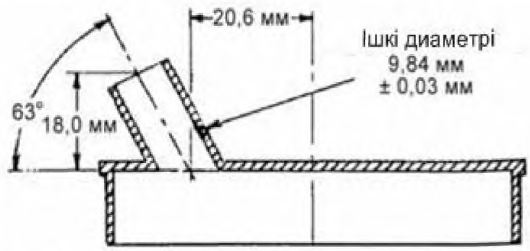


А.1.1 суреті -Сынамаға арналған отбақыраш



A – 7,15 мм
B – 4,78 мм
C – 15,10 мм
D – 11,92 мм
E – 10,32 мм

ЕСКЕРТПЕ: Барлық әлшемдердің (егер басқаша көрсетілмесе)– ± 0,13 мм шақтамасы болады.



ЕСКЕРТПЕ: Термометрге арналған тәлкенің әлшемдері және орналасуы ұсынылатын болып табылады.

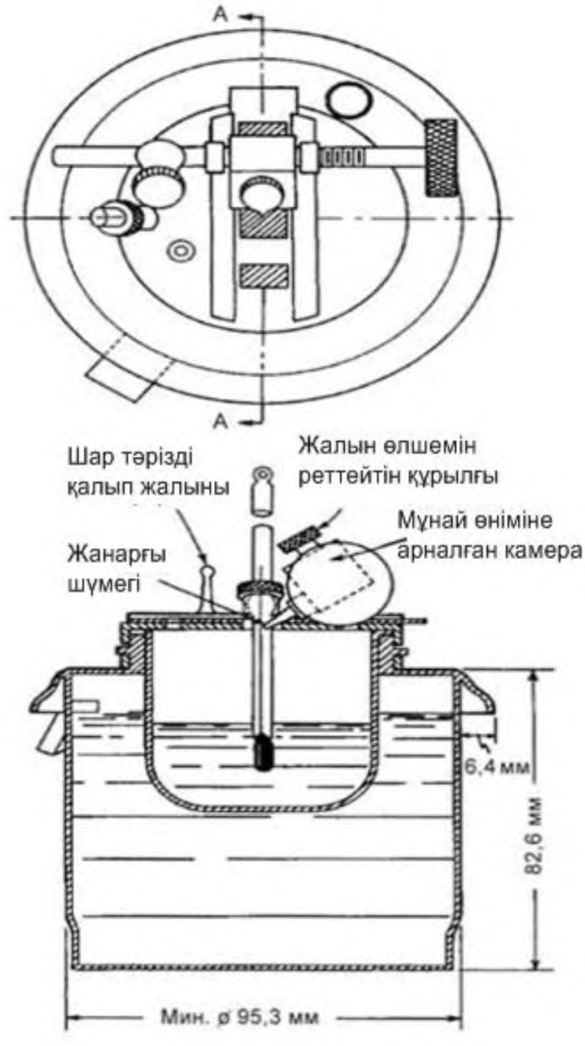
Әлшемдер сәйкестігі

мм	мм
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

А.1.2 суреті – Қақпақтың жоғарғы беті және тесіктер әлшемдері

А.1.1 кестесі – Әлшемдерге қойылатын талаптар

Отбақырдың жоғарғы бәлігінен бастап ваннадағы сұйықтық деңгейіне дейінгі арақашықтық	27,8 ± 0,4 мм
Отбақырдың жоғарғы бәлігінен бастап сынама деңгейіне дейінгі арақашықтық	29,4 ± 0,8 мм
Термометр шарының төменгі нүктесінен бастап отбақырдың жоғарғы бәлігіне дейінгі арақашықтық	45,0 ± 0,8 мм
Отбақырдың ішкі диаметрі	54,0 ± 0,3 мм
Қақпақтың жоғарғы бәлігіндегі жалынның диаметрі	4,0 ± 0,8 мм
Жалынды құрылғының жоғарғы бәлігіндегі шүмектің ішкі диаметрі	1,2 ± 0,3 мм
Жалынды құрылғының жоғарғы бәлігіндегі шүмектің сыртқы диаметрі	2,0 мм артық емес



Әлшемдер сәйкестігі

мм	мм
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

А.1.3 суреті – Бәлікте қолмен басқарылатын аспаптағы отбақыр және сұйықтыққа арналған ванна

А.2 Аппаратураның жұмыс істеуін тексеру

А.2.1 Аттестталған стандарттық үлгі (CRM) – бұл жиілік дәрежесі кемінде 99 молярлық үлес қанықтырылған кәмірсу немесе ҚР СТ ASTM D6300-2013 (ASTM RR:D02-1007 орнына қолданылатын) немесе ИСО 34 нұсқауының және ИСО 35 нұсқауының талаптарына сәйкес зертхаанаралық зерттеулер кезінде анықталған белгіленген тұтану температурасы бар басқа мұнай әнімі.

А.2.1 кестесі – Тұтану температурасы және қолжетімді шекті ауытқулар CRM

Кәмірсу	Жиілік, молярлық үлес, %, кем емес	Тұтану температурасы, ° С	Шекті ауытқулар, °С
n- декан	99	50,9	± 2,3
n-ундекан	99	67,1	± 2,3

А.2.1.1 Кейбір стандарттық үлгілерге арналған барометрлік қысымға түзетілген тұтану температурасының мәндері және осы мәндердің шекті ауытқулары А.2.1 кестесінде берілген (А.2.2 ескертпесі). Жабдықтаушылар стандарттық үлгілердің әрбір топтамасына олардың тұтану температурасын кәрсететін сертификатты қоса салуға тиіс. Басқа CRM үшін шекті ауытқуларды зертханааралық сынақтарда алынған нәтижеге аталған әдістің әндірімділік мәнін азайта және содан соң оны 0,7 кәбейте отырып анықтауға болады (RR:S15-1007 есебі).

А.2.1 ЕСКЕРТПЕСІ: Тұтану температурасын анықтау бойынша зертханааралық зерттеулер туралы қосымша ақпаратты RR:S15-1010 есебінен табуға болады.

А.2.2 ЕСКЕРТПЕСІ: А.2.1 кестесінде берілген әнімдер, олардың тазалық деңгейлері, тұтану температуралары мен температураның шекті ауытқулары тұтану температурасын анықтау әдісінде олардың бақылау сұйықтықтары ретінде пайдалануға жарамдылығын анықтау мақсатында, ASTM (RR:S15-1010[1]) есебі) зертханааралық бағдарлама бойынша зерттеулер нәтижесінде алынды. Тазалық деңгейлері және тұтану температурасы мен шекті ауытқулары басқа әнімдер сондай-ақ егер олар ҚР СТ ASTM D6300-2013 (бұрынғы RR:D02-1007 орнына қолданылатын) немесе ИСО 34 нұсқауының және ИСО 35 нұсқауының талаптарына сәйкес дайындалған болса, жарамды болуы мүмкін. Осы әнімдерді пайдаланар алдында тұтану температурасының мәні кәп дәрежеде CRM құрамына байланысты болатындықтан, жеткізілетін әнімнің топтамасына берілетін сертификаттарды мұқият зерделеу керек.

[1] Қосалқы деректер ASTM International штаб-пәтерінде берілді және Research Report RR: S15-1010 сұрау арқылы алынуы мүмкін.

А.2.3 ЕСКЕРТПЕСІ: Химиялық заттардың кез келген белгілі жабдықтаушысынан алынатын n-ксилолды ол А.2.1.1 берілген талаптарға сай болатын кезде стандарттық үлгілер ретінде пайдалануға болады.

А.2.2 Қайталама жұмыстық қоспа (SWS) – бұл тазалық дәрежесі 99 молярлық үлесі кем болмайтын қанықтырылған кәмірсу немесе құрамы белгілі және тұрақты деп санауға болатын басқа мұнай әнімі.

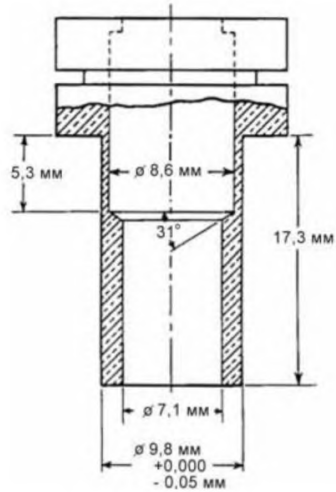
А.2.2.1 Қайталама жұмыстық қоспаға арналған тұтану температурасының орташа мәнін және шекті бақылау ауытқуларын (3а) стандарттық статистикалық әдістерді қолданып анықтайды (А.2.4 ескертпесі). ҚР СТ ASTM D6299-2013 қараңыз.

А.2.4 ЕСКЕРТПЕСІ: Тұтану температурасының орташа мәнін анықтаудың типтік әдістемесі CRM аппаратурада пайдаланып алдын ала салыстырылып тексерілген әкілдік әнім сынамаларын сынауды, нәтижелердің статистикалық талдауын және күрт бәлінетін мәнді есепке алмай, орташа арифметикалық мәнді есептеуді немесе әрқайсысы екі әкілдік сынама үшін сынақ әткізетін үш зертхана қатысатын зертханааралық бағдарлама бойынша жұмыс жүргізуді кәздейді және стандарттық статистикалық әдістерді қолданып, тұтану температурасының орташа мәнін есептеуді жүргізеді.

А.3 Аппаратураны дайындаған кездегі баптаулар

А.3.1 Сондай-ақ ҚР СТ ИСО 2719 әдісі бойынша Мартенс-Пенский аспабында тұтану температурасын анықтау үшін пайдаланылатын тәменгі температураларды әлшеу ауқымы бар термометрлерге қойылатын талаптарға сәйкуес келетін отбақыр термометрі тұтану температурасын анықтау үшін аспаптың қақпағында орналасқан тәлкеде термометрді бекіту үшін тағайындалған металл немесе политет- рафторэтилен тығыздағыш балдағымен жабдықталған. Осы нығыздау балдағын Мартенс-Пенский аспабында қолданылатын диаметрі үлкен тәлке үшін пайдаланылатын ұластырғышпен бірге жеткізеді. Осы тәлкелердің әлшемдеріндегі айырмашылық сынақтар нәтижесіне айтарлықтай әсер етпейді, алайда аспаптарды дайындаушылар мен жабдықтаушылар, сондай-ақ пайдаланушылар үшін артық мазасыздық себебі болып табылады.

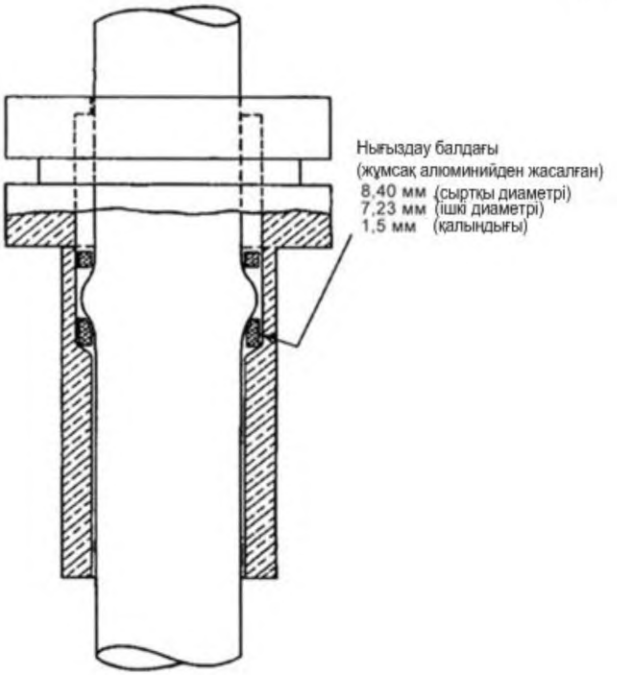
А.3.2 ішкі комитеті Е01.21 стандарттық үлгілер, біліктілік сынақтары мен зертханаларды аккредиттеу бойынша, осы проблеманы зерделей келіп тәлке әлшемдеріне әойылатын талаптарды белгіледі. Бұл әлшемдер А.1.1, А.3.1 және А.3.2 суреттерінде кәрсетілген. Әлшемдер бойынша талаптардың сәйкес болуы міндетті емес, бірақ пайдаланушылар сияқты, жабық отбақыры бар Тага аспаптарымен жабдықтаушылар үшін қажет.



Әлшемдер сәйкестігі

мм	мм
0,05	8,6
5,3	9,8
7,1	17,3

А.3.1 суреті– Термометрге арналған тәлкелердің әлшемдері (ұсынылатын)



Әлшемдер сәйкестігі

мм
1,5
7,23
8,40

А.3.2 суреті – Термометрдің нығыздағыш балдағының әлшемдері (ұсынылатын)

Х.1 қосымшасы
(ақпараттық)

Х.1 Тұтану температурасының «бұрмалану құбылысы

Х.1.1 Кейбір қоспалардың тұтану температураларын анықтаған кезде сынаманың тұтанатын құрауышы сұйықтық бетіндегі бу түрінде белсенді болмау қабілетін иеленетін кезде осының салдарынан тұтанудың пайда болуына кедергі келтіретін ахуал туындауы мүмкін. Мұндай жағдайда әнімнің тұтану температурасы «бүркемеленеді», сондықтан тұтану температурасын анықтау нәтижесі не кәтеріңкі не тұтану болмайды.

Х.1.2 Тұтану температурасының «бұрмалану» құбылысы құрамына галоген болатын кейбір кәмірсулар, мысалы дихлорметан (хлорлы метилен) мен трихлорэтилен кіретін тұтанғыш сұйықтықтар үшін барынша жиі байқалады.

Х.1.3 Мұндай жағдайларда анық тұтану (3.1.1 анықталған сияқты) байқалмайды. Жалынның айтарлықтай таралуының орнына оның түсінің кәгілдірден қызғылт сарыға әзгеруі байқалады.

Х.1.4 Қоршаған орта температурасынан асатын температура кезінде ұзақ қыздыру және тұтану температурасын анықтау отбақыр шектерінен тұтанғыш булардың айтарлықтай қызу себебі болады, мысалы сынақ жалынының үстінен. Егер мұндай құбылысты айыру мүмкін болмаса, оның әрттің пайда болу себебі болуы ықтимал.

Х.1.5 Әнімнің аталған түрлерінің тұтану температураларын анықтаған кезде осындай құбылыс туындайтын жағдайда сынақты тоқтату ұсынылады.

Х.1.6 Қоспалардың тұтану температурасын және жанғыштығын анықтауға қатысты барынша жан-жақты ақпарат ASTM E 502 берілген.

Х.2 қосымшасы
(ақпараттық)

Х2 Қоспалардың тұтану температурасын және жанғыштығын анықтау

Х.2.1 Тұтану температурасы олардың қолданылу саласын анықтау мақсатында сұйық әнімдердің тұтанғыштық сипаттамалары үшін пайдаланылуы мүмкін, алайда тұтану температурасы әнімде тұтанғыш булар болатын ең төменгі температура болып табылмайды.

Х.2.2 Кейбір таза әнімдер үшін жалындап тұтанудың болмауы кезінде сонда да орын алады. Осы санатқа тұтанудың пайда болуы үшін үлкен кеңістікті талап ететін әнімдер жатады, мысалы, трихлорэтилен. Осы әнімнің жалындауы әлшемдері тұтану температурасын анықтауға арналған аспаптағы сияқты аспапта болмайды, алайда оның булары әлшемдері жеткілікті аспапта жаққан кезде тұтанатын және жанатын болып табылады.

Х.2.3 Егер сұйықтықта тұтанатын және тұтанбайтын құрауыштар болатын болса, мынадай құбылыстар орын алуы мүмкін. Сұйықтықта белгілі бір жағдайларда тұтанғыш булар болуы және жабық отбақырда тұтанып кетпеуі мүмкін. Бұл құбылыс тұтанбайтын сұйықтық ұшпа болып табылатын және сонысымен тұтануды болдырмай жабық отбақырдағы булар инертті болатын жеткілікті мәлшерде қатысатын кезде болады. Одан басқа, буларда тұтанбайтын құрауыштың біраз мәлшері болатын және мұндай жағдайда әнім тұтанбайтын жағдайлар болады.

Х.2.4 Құрамында ұшпалығы жоғары тұтанбайын құрауышы немесе оларға тұтанбайтын құрауыш әсері салдарынан тұтанбайтын қоспасы болатын сұйықтықтар егер толықтай буланатын болса, тиісті пропорцияларында ауамен бірге тұтанғыш қоспалар түзуі мүмкін.

Е қосымшасы
(ақпараттық)

Е.1 кестесі – Түрлендірілген ұлттық стандарттың техникалық ауытқуларының тізбесі

Бөлім, ішкі бөлім, тармақ, тармақша, кесте, қосымша	Түрлендіру
2-бөлім. Нормативтік сілтемелер	ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабындағы тұтану температурасын анықтау әдістері) ҚР СТ ИСО 2719[1]-2005 «Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабы пайдаланылатын әдіске» ауыстырылды.
2-бөлім. Нормативтік сілтемелер	ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Межелігі аз жабық отбақырашы бар қондырғыда сұйықтықтардың тұтану температурасын анықтау әдістері) ҚР СТ ASTM D3828-2013 «Шағын әлшемдегі жабық тигельде тұтану температурасын анықтау әдістеріне» ауыстырылды.
2-бөлім. Нормативтік сілтемелер	ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products стандартына жасалған сілтеме (Мұнай және мұнай сынамаларын қолмен іріктеу жөніндегі нұсқау) ҚР СТ ИСО 3170[2]-2006 «Мұнай және мұнай өнімдері. Сынамаларды қолмен іріктеу әдістеріне» ауыстырылды.
2-бөлім. Нормативтік сілтемелер	ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance стандартына жасалған сілтеме (Сапаны статистикалық қамтамасыз етуді қолдануға арналған практика және талдамалық әлшеу жүйелерінің әндірімділігін бағалауға арналған диаграммаларды бақылау әдістері) ҚР СТ ASTM D6299-2013 «Жүйе әнімділігіне талдамалық шараларды бағалау үшін әнімге статистикалық талдаулар мен бақылау жұмыстарының әдістерін қолдануға арналған нұсқауға» ауыстырылды.

Е.1 кестесі - Түрлендірілген ұлттық стандарттың техникалық ауытқуларының тізбесі *(жалғасы)*

2-бөлім. Нормативтік сілтемелер	ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants стандартына жасалған сілтеме (Мұнай өнімдерін және майлау материалдарын сынау әдістерінің дәлдік және ауытқу кәрсеткіштерін анықтау жөніндегі нұсқау) ҚР СТ ASTM D6300-2013 «Мұнай өнімдері және майлау заттары үшін тестілеу әдістерінде пайдаланылатын дәлдік пен дәлсіздікті анықтауға арналған нұсқауға» ауыстырылды.
1-бөлім. Қолданылу саласы. 1.1.1 тармағы А.3 қосымшасы А.3.1 тармағы	ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабындағы тұтану температурасын анықтау әдістері) ҚР СТ ИСО 2719[1]-2005 «Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабы пайдаланылатын әдіске» ауыстырылды.
1-бөлім. Қолданылу саласы. 1.3 тармағы	ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Межелігі аз жабық отбақыры бар қондырғыда сұйықтықтардың тұтану температурасын анықтау әдістері) ҚР СТ ASTM D3828-2013 «Шағын әлшемдегі жабық тигельде тұтану температурасын анықтау әдістеріне» ауыстырылды.
7-бөлім. Сынамалар іріктеу. 7.3 тармағы	ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products стандартына жасалған сілтеме (Мұнай және мұнай сынамаларын қолмен іріктеу жөніндегі нұсқау) ҚР СТ ИСО 3170[2]-2006 «Мұнай және мұнай өнімдері. Сынамаларды қолмен іріктеу әдістеріне» ауыстырылды.
А қосымшасы. А.2.2.1 тармағы	ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance стандартына жасалған сілтеме (Сапаны статистикалық қамтамасыз етуді қолдануға арналған практика және талдамалық әлшеу жүйелерінің әндірімділігін бағалауға арналған диаграммаларды бақылау әдістері) ҚР СТ ASTM D6299-2013 «Жүйе әнімділігіне талдамалық шараларды бағалау үшін әнімге статистикалық талдаулар мен бақылау жұмыстарының әдістерін қолдануға арналған нұсқау» ауыстырылды.

Е.1 кестесі - Түрлендірілген ұлттық стандарттың техникалық ауытқуларының тізбесі *(жалғасы)*

А қосымшасы. А.2.1 тармағы	ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants стандартына жасалған сілтеме (Мұнай әнімдерін және майлау материалдарын сынау әдістерінің дәлдік және ауытқу кәрсеткіштерін анықтау жәніндегі нұсқау) ҚР СТ ASTM D6300-2013 «Мұнай әнімдері және майлау заттары үшін тестілеу әдістерінде пайдаланылатын дәлдік пен дәлсіздікті анықтауға арналған нұсқауға» ауыстырылды.
Түсіндірме: Нормативтік сілтемелерді ауыстыру Қазақстан Республикасының нормативтік құжаттар базасымен осы стандартты үйлестіру мақсатында жасалды. [1] сәйкестік дәрежесі – (IDT) бірдей [2] сәйкестік дәрежесі – (IDT) бірдей	

ӘОЖ 665.761.3.035 **МСЖ 75.080**

Түйінді сөздер: жанғыш; әрт қаупі; тез тұтанғыш; ұшқын; жабық отбақырдағы тага;

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ ТАГА

СТ РК 2424-2013

(ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester, MOD)

Издание официальное

Данный национальный стандарт КазИнСТ основан на ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester», авторское право АСТМ Интернэшнл, PA 19428, США. Переиздается с разрешения АСТМ Интернэшл.

Комитет технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Информационно-аналитический центр нефти и газа»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации № 58 «Нефть, газ, продукты их переработки, материалы, оборудование и сооружения для нефтяной, нефтехимической и газовой промышленности» и Республиканским Государственным Предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан № 548-од от 28.11.13 г

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению американскому национальному стандарту ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester (Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле Тага).

Перевод с английского языка (en).

Стандарт ASTM D 56-05 (2010) разработан подкомитетом D02.08 "По летучести" Комитета ASTM D02 "Нефтепродукты и смазочные материалы".

Данный национальный стандарт КазИнСТ основан на ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester», авторское право АСТМ Интернэшнл, PA 19428, США. Переиздается с разрешения АСТМ Интернэшл.

Официальные экземпляры американских национальных стандартов, которые использовались для подготовки настоящего национального стандарта, их перевод и зарубежных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Едином государственном фонде нормативных технических документов.

Отдельные фразы, термины, приведенные в официальной версии американского национального стандарта, изменены или заменены словами синонимами в целях соблюдения норм государственного и русского языков и принятой терминологии, а также в связи с особенностями построения государственной системы технического регулирования.

Информация о замене ссылок приведена в приложении Е.1

Степень соответствия – модифицированный (MOD).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2018 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

	Введение	V
1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	2
3	Терминология	3
4	Сущность метода	4
5	Значение и применение метода	5
6	Прибор с ручным управлением	5
7	Отбор проб	5
8	Подготовка прибора с ручным управлением	6
9	Проведение испытания с использованием прибора с ручным управлением	8
10	Установка с автоматическим управлением	10
11	Подготовка установки с автоматическим управлением	11
12	Проведение испытания с использованием установки с автоматическим управлением	12
13	Протокол испытаний	13
14	Точность и отклонение метода	14
	Приложение А.1 (обязательное) Прибор	16
	Приложение Х.1 (информационное) Явление «маскировки» температуры вспышки	25
	Приложение Х.2 (информационное) Определение температуры вспышки воспламеняемости смесей	26
	Приложение Е (информационное) Перечень технических отклонений модифицированного национального стандарта	27

Введение

Для обеспечения требуемой точности в настоящем методе определения температуры вспышки температуру испытуемого продукта повышают с заданной скоростью. Однако регулирование скорости нагрева не всегда обеспечивает требуемую точность испытания вследствие низкой теплопроводности некоторых материалов. На метод предварительной оценки воспламеняемости разработан ASTM D 3941, в котором применяют более низкую скорость нагревания. Метод, приведенный в ASTM D 3941, предусматривает проведение испытаний в условиях, приближенных к уравновешенным, когда пар над жидкостью и жидкость имеют приблизительно одинаковую температуру. Если стандартом на нефтепродукт предусмотрено испытание по методу, приведенному в ASTM D 56, не следует применять метод, приведенный в ASTM D 3941, или проводить испытания по другому методу. Значение температуры вспышки зависит от конструкции прибора, условий его эксплуатации и применяемого метода определения. Поэтому температуру вспышки можно определять только по стандартизованному методу испытания и нельзя устанавливать корреляцию между результатами, полученными при использовании различных методов испытания или испытательного оборудования, отличного от предусмотренного методом испытания.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ ТАГА

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры вспышки жидких нефтепродуктов с вязкостью менее 5,5 мм^2/с сантиСтокс (далее-сСт) при температуре 40 °С (104 °F) или менее 9,5 мм^2/с (сСт) при температуре 25 °С (77 °F) с использованием закрытого тигля в приборах с ручным и автоматическим управлением. Настоящий стандарт применяется для жидкостей с температурой вспышки ниже 93 °С (200 °F).

1.1.1 Для определения температуры вспышки в приборе с закрытым тиглем жидкостей с вязкостью 5,5 мм^2/с (сСт) или более при температуре 40 °С (104 °F), вязкостью 9,5 мм^2/с (сСт) или более при температуре 25 °С (77 °F), температурой вспышки 93 °С (200 °F) или выше, а также жидкостей, на поверхности которых образуется пленка, или содержащих твердые взвешенные частицы, используют метод по СТ РК ИСО 2719.

1.1.2 Для окисленных битумов применяют методы определения по ASTM D 1310 и ASTM D 3143.

ПРИМЕЧАНИЕ Министерство транспорта США (RSTA) 2 и Министерства труда США (OSHA) установили, что жидкости с температурой вспышки ниже 37,8 °С (100 °F) являются легковоспламеняющимися. Это было определено по методу настоящего стандарта для жидкостей с вязкостью менее 5,5 мм^2/с (сСт) при температуре 40°С (104°F) или 9,5 мм /с (сСт) или менее при температуре 25 °С (77 °F), а также жидкостей, не содержащих взвешенных твердых частиц и на поверхностности которых не образуется пленка во время испытания. Другие группы горючести жидкостей по температуре вспышки были установлены с использованием данного метода.

1.2 Настоящий метод может использоваться для определения и описания свойств материалов, продуктов или входящих в их состав компонентов при нагревании и горении в контролируемых лабораторных условиях, но не может использоваться для определения или оценки опасности при горении или риска при воспламенении материалов, продуктов или входящих в их состав компонентов в реальных условиях. Однако результаты, полученные при испытании по этому методу, можно использовать для оценки риска возникновения воспламенения, которая учитывает все факторы, относящиеся к оценке риска при конечном использовании продукта.

Издание официальное

1.3 Настоящий стандарт взаимосвязан со стандартами СТ РК ИСО 2719, СТ РК ASTM D3828-2013, ASTM D 1310 ASTM D 3278 и ASTM D 3941.

1.4 Значения, выраженные в единицах СИ, считаются стандартными. Значения, указанные в скобках, являются справочными.

1.5 **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Ртуть была определена многими регулирующими органами как опасный материал, который может вызвать повреждение центральной нервной системы, почек и печени. Ртуть или ее пары могут быть опасны для здоровья и коррозии материалов. Следует соблюдать осторожность при работе с ртутью и продуктами, содержащими ртуть. См. по безопасности материалов (MSDS) для деталей и EPA сайте-HTTP :/ / gost.e-ecolog.ru lеркурий / faq.htm-за дополнительной информацией. Пользователи должны быть осведомлены о том, что продажа ртути и/или продуктов, содержащих ртуть может быть запрещена законодательством в области охраны окружающей среды.

1.6 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. Особые предупреждения приведены в 8.2 и 8.3, 9.5, 12.5 а также в справочниках по безопасности материалов.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарты:

СТ РК ИСО 2719-2005 Определение температуры вспышки. Метод с использованием прибора Мартенс –Пенского с закрытым тиглем.

СТ РК ИСО 3170-2006 Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб.

СТ РК ASTM D3828-2013 Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле малого размера.

СТ РК ASTM D6300-2013 Руководство для определения данных точности и погрешности для использования в методах тестирования для нефтяных продуктов и смазывающих веществ.

СТ РК ASTM D6299-2013 Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы.

ASTM D 1310:2007 Test Method for Flash Point and Fire Point of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus (Метод определения температуры вспышки и

температуры воспламенения жидкостей на установке Тага с открытым тиглем).

ASTM D 3143:2008 Test Method for Flash Point of Cutback Asphalt with Tag Open-Cup Apparatus (Метод определения температуры вспышки окисленных битумов на установке Тага с открытым тиглем).

ASTM D 3278:2011 Test Methods for Flash Point of Liquids by Small Scale Closed-Cup Apparatus (Методы определения температуры вспышки жидкостей на установке с закрытым тиглем с малой шкалой).

ASTM D 3941:2007 Test Method for Flash Point by the Equilibrium Method With a Closed-Cup Apparatus (Метод определения температуры вспышки в условиях равновесия на установке с закрытым тиглем).

ASTM E 1:2013 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers (Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM).

ASTM E 502:2013 Test Method for Selection and Use of ASTM Standards for the Determination of Flash Point of Chemicals by Closed Cup Methods (Руководство по выбору и использованию стандартов ASTM для определения температуры вспышки химических продуктов методами с применением закрытого тигля).

2.2 Федеральные стандарты на методы испытания[1)]

Method 1101, Federal Test Method Standard No. 791b (Федеральный стандарт на метод испытания № 791b).

Method 4291, Federal Test Method Standard No. 141A (Федеральный стандарт на метод испытания № 141A).

2.3Стандарты ISO[2)]:

Guide 34:2009 General Requirements for the Competence of Reference Material Producers (Руководство ИСО 34 Системы качества по производству эталонных материалов).

Guide 35:2006 Certification of Reference Materials—General and Statistical Principles (Руководство ИСО 35 Сертификация эталонных материалов. Общие и статистические принципы).

3 Терминология

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

[1] Можно получить в отделе документов в организации Government Printing, Вашингтон DC 20402.

[2] Можно получить в Американском институте национальных стандартов (ANSI), 25 W, 43-я улица, 4 этаж, Нью-Йорк, NY 10036.

3 Определения

3.1.1 температура вспышки: Самая низкая температура, скорректированная на барометрическое давление 101,3 кПа (760 мм рт.ст.), при которой применение зажигательного устройства вызывает воспламенение паров испытуемой пробы при заданных условиях испытания.

3.1.1.1 Считают, что испытуемая проба воспламенилась, если пламя после его появления мгновенно распространилось по всей поверхности жидкости.

3.1.1.2 Если зажигательное устройство образует пламя, оно может иметь голубой ореол и увеличенные размеры до достижения температуры вспышки. Это не считается воспламенением, и результаты испытания не следует принимать во внимание.

а. Определения терминов, установленные в настоящем стандарте

3.2.1 Динамические (неуравновешенные) условия: Условия в приборе для определения температуры вспышки, когда пар над поверхностью испытуемой пробы и сама проба имеют разную температуру во время применения зажигательного устройства.

3.2.1.1 Такие условия создаются, потому что при нагревании испытуемой пробы с постоянной заданной скоростью имеет место запаздывание температуры пара относительно температуры испытуемой пробы. Полученная в результате испытания температура вспышки находится в пределах воспроизводимости данного метода.

3.2.2 Уравновешенные условия в приборе для определения температуры вспышки или метода испытания: Условия, когда пар над испытуемой пробой и сама проба имеют одну и ту же температуру при применении зажигательного устройства.

3.2.2.1 Таких условий нельзя достичь на практике, так как температура пробы неодинакова в различных ее точках, а корпус и крышка испытательного прибора, как правило, имеют более низкую температуру.

4 Сущность метода

4.1 Испытуемую пробу помещают в тигель прибора и при закрытой крышке медленно нагревают с постоянной скоростью. Через одинаковые интервалы времени зажигательное устройство подносят к тиглю. Температурой вспышки считают самую низкую температуру, при которой зажигательное устройство вызывает воспламенение пара над испытуемой пробой.

5 Значение и применение метода

5.1 Температура вспышки характеризует способность продукта образовывать воспламеняемую смесь с воздухом в контролируемых лабораторных условиях. Температура вспышки является одним из показателей, который следует учитывать при оценке риска воспламеняемости материала.

5.2 Сведения о температуре вспышки используют при разработке инструкций по безопасности и перевозке грузов для характеристики воспламеняющихся горючих продуктов. Сведения об отнесении продукта к определенной группе горючести можно найти в соответствующих документах.

5.3 Температура вспышки может свидетельствовать о присутствии высоколетучих и воспламеняющихся компонентов в относительно нелетучем или невоспламеняющемся продукте. Например, нехарактерно низкая температура вспышки пробы керосина может указывать на присутствие примеси бензина.

6 Прибор с ручным управлением

6.1 Прибор Тага с закрытым тиглем - Прибор приведен на Рисунке 1, описание прибора приведено в Приложении А.1.

6.2 **Экран** - рекомендуется использовать экран шириной 460 мм и высотой 610 мм, открытый спереди.

6.3 **Термометры** - Для тигля используют один из термометров в соответствии с Таблицей 1. Для ванны используют любой подходящий термометр с открытой шкалой в необходимом диапазоне измерения. Удобнее использовать тот же тип термометра, что и для тигля.

ПРИМЕЧАНИЕ Вместо термометров, соответствующих требованиям ASTM, можно использовать термометры, соответствующие требованиям Института нефти (термометр IP 15C PM-Low).

7 Отбор проб

7.1 Завышенные значения температуры вспышки получают при несоблюдении мер предосторожности, что приводит к потере летучих продуктов. В целях предотвращения потерь летучих продуктов и попадания влаги не следует открывать контейнеры, если в этом нет необходимости. Перемещение пробы не следует осуществлять до тех пор, пока температура пробы будет не менее чем на 10 °С (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки. По возможности определение температуры вспышки должно быть первым испытанием, проводимым на пробе, поэтому проба должна храниться при низкой температуре.

7.2 Не допускается хранить пробы в контейнерах, изготовленных из газопроницаемых материалов, так как легколетучие продукты могут диффундировать через стенки корпуса. Пробы, находящиеся в негерметичных контейнерах, при испытаниях не показывают достоверных результатов.

Таблица 1 – Термометры

Термометр[A] ASTM	Обозначение термометра для испытаний		
	При температуре ниже 4 °С (40 °F)	При температуре от 4 °С до 49 °С (40 °F - 120 °F)	При температуре свыше 49 °С (120 °F)
	57 °С или (57F)	9 °С или (9F) 57 °С или (57F)	9 °С или (9F)
[A]Технические требования к термометрам приведены в технических условиях ASTM E 1.			

7.3 Объем пробы для каждого испытания должен быть не менее 50 мл. Пробы отбирают в соответствии с требованиями СТ РК ИСО 3170.

8 Подготовка прибора с ручным управлением

8.1 Прибор устанавливают на ровной устойчивой поверхности, например на столе. Если испытания проводят в помещении, в котором имеет место заметное движение воздуха, прибор с трех сторон окружают экраном для защиты от движения воздуха. Не следует проводить испытания в непосредственной близости от вытяжного шкафа или вентиляторов.

8.2 В качестве поджига рекомендуется использовать пламя природного и сжиженного газа с электрозапалом. (**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Давление газа, подаваемого к прибору, не должно превышать 3 кПа.

8.3 При определении температуры вспышки ниже 13 °С (55 °F) или выше 60 °С (140 °F) в качестве жидкости для ванны используют смесь воды и этиленгликоля в соотношении 1 : 1. (**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Этиленгликоль - яд. Смертельно опасен при попадании внутрь организма. Пары вредны. Следует избегать попадания на кожу).

При определении температуры вспышки в диапазоне от 13 °С (55 °F) до 60 °С (140 °F) включительно в качестве жидкости для ванны можно использовать либо воду, либо смесь воды и этиленгликоля. При перемещении пробы в испытательный тигель температура жидкости в ванне должна быть не менее чем на 10 °С (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки продукта. Не рекомендуется охлаждать жидкость в

ванне путем внесения в нее сухого льда (твердого диоксида углерода).

ПРИМЕЧАНИЕ Вследствие возникновения возможных затруднений, связанных с поддержанием заданной скорости повышения температуры и образованием льда на крышке прибора, результаты этого метода испытания проб с температурой вспышки ниже 0 °С (32 °F) могут быть недостоверными. Осложнения, вызванные образованием льда на подвижном элементе (задвижке), можно свести к минимуму путем тщательной смазки элемента высоковакуумной силиконовой смазкой

8.4 Функционирование прибора с ручным управлением (или прибора с автоматическим управлением, см. 11.2.3) проверяют не реже одного раза в год путем определения температуры вспышки аттестованных стандартных образцов (CRM), например приведенных в приложении А.2, температура вспышки которых близка к предполагаемой температуре вспышки испытуемых проб. Стандартные образцы испытывают по методу настоящего стандарта, а наблюдаемые значения температуры вспышки, полученные по 9.5, должны быть скорректированы на барометрическое давление (Раздел 13). Полученные значения температуры вспышки должны находиться в пределах, установленных в таблице А2.1 для указанных стандартных образцов, или в пределах диапазона значений, рассчитанных для стандартных образцов, не приведенных в таблице (Приложение А.2).

8.5 После проверки функционирования прибора может определяться температура вспышки вторичных рабочих смесей (SwSs) на соответствие их предельным контрольным значениям. Эти вторичные рабочие смеси можно затем использовать при последующих проверках (Приложение А.2).

8.6 Если определенные значения температуры вспышки не попадают в диапазон значений, указанных в 8.4 или 8.5, проверяют состояние и работу прибора с целью удостовериться в соответствии прибора требованиям, приведенным в приложении А.1, и в первую очередь в части герметичности крышки (см. А.1.1.3), работы задвижки, положения зажигательного устройства (А.1.1.3.3) и угла расположения термометра (см. А.1.1.3.4). После проведения любой регулировки повторяют испытание, приведенное в 8.4, используя новую испытуемую пробу и выполняя все требования данного метода испытания.

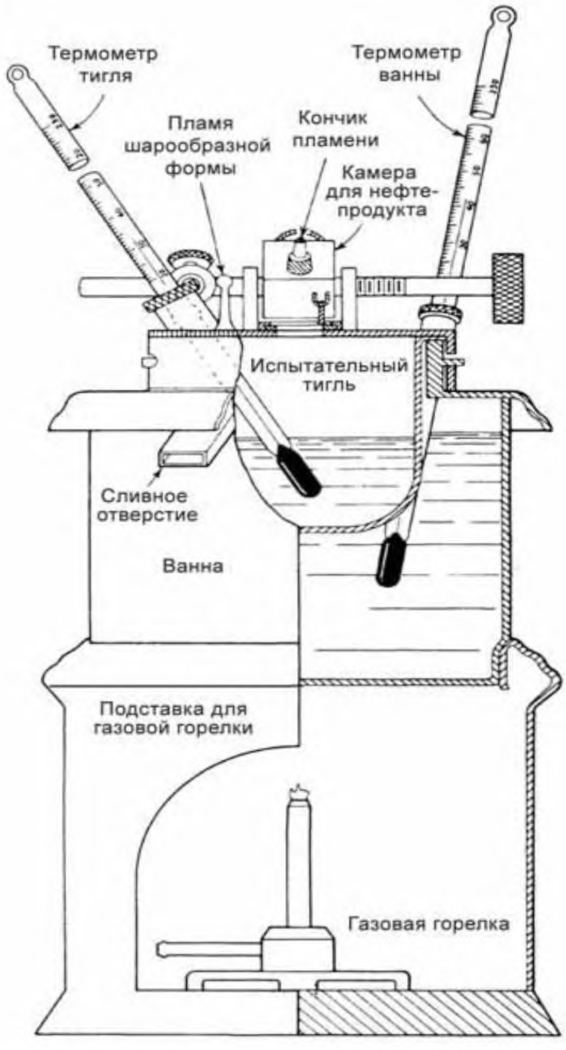


Рисунок 1 – Прибор Тага для определения температуры вспышки с ручным управлением с закрытым тиглем

9 Проведение испытания с использованием прибора с ручным управлением

9.1 Используя градуированный цилиндр и не допуская смачивания стенок тигля выше отметки уровня, отмеряют (50 ± 0,5) мл жидкости и помещают пробу в тигель. При необходимости пробу и градуированный цилиндр заранее охлаждают так, чтобы температура испытуемой пробы при определении температуры вспышки составляла (27 ± 5) °С [(80 ± 10) °F] или была не менее чем на 10 °С (18 °F) ниже предполагаемой температуры

вспышки (в зависимости от того, какая из них ниже). Очень важно поддерживать температуру не менее чем на 10 °С (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки во время перемещения испытуемой пробы из контейнера в цилиндр и из цилиндра в испытательный тигель. Кончиком ножа или другим подходящим предметом удаляют пузырьки воздуха с поверхности испытуемой пробы. Вытирают насухо внутреннюю поверхность крышки чистой тряпочкой или салфеткой, впитывающей влагу, затем закрепляют крышку с термометром на круглом выступе ванны.

9.2 Зажигают на крышке испытательное пламя (если используется) и регулируют его так, чтобы по форме оно было близким к маленькому шарику. С помощью механизма на крышке зажигательное устройство подносят к той части тигля, где находятся пары, и немедленно относят обратно. Время, необходимое для выполнения этой операции, должно составлять 1 с при условии, что периоды времени для подноса и выноса пламени будут одинаковыми. Операция по опусканию и поднятию зажигательного устройства должна выполняться без задержки. Если при первоначальном опускании зажигательного устройства наблюдается вспышка, испытание прерывают и результат не учитывают. В этом случае новую пробу необходимо дополнительно охладить на 10 °С (18 °F) ниже первоначально установленной температуры пробы.

9.2.1 Следует осторожно обращаться с испытательным пламенем. Если пламя погаснет, вспышка пробы не произойдет и газ, поступивший в пространство с парами, может повлиять на результат. Если пламя преждевременно погасло, испытание необходимо прекратить, и результат этого определения не учитывают.

9.3 Температура вспышки ниже 60 °С (140 °F)

Если известно, что температура вспышки пробы ниже 60 °С (140 °F), пробу нагревают так, чтобы ее температура поднималась со скоростью 1 °С/мин ± 6 с (2 °F/мин ± 6 с). Когда температура испытуемой пробы в тигле на 5 °С (10 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки, поджигание пробы с помощью зажигательного устройства проводят, как описано в 9.2, и повторяют через каждые 0,5 °С (1 °F) повышения температуры испытуемой пробы.

9.4Температура вспышки 60 °С (140 °F) или выше

Если известно, что температура вспышки пробы 60 °С (140 °F) или выше, регулируют нагревание таким образом, чтобы температура испытуемой пробы поднималась со скоростью 3 °С/мин ± 6 с (5 °F/мин ± 6 с). Когда температура испытуемой пробы в испытательном тигле будет на 5 °С (10 °F) ниже его предполагаемой температуры вспышки, поджигание пробы с помощью зажигательного устройства проводят, как описано в 9.2, и повторяют через каждый 1 °С (2 °F) повышения температуры испытуемой

пробы.

9.5 Когда при поджигании пробы с помощью зажигательного устройства образуется четко выраженное пламя внутри, как описано в 3.1.1, значение наблюдаемой температуры записывают как температуру вспышки испытуемой пробы.

Не следует путать настоящую вспышку с голубоватым ореолом, который иногда окружает зажигательное устройство непосредственно перед фактической вспышкой. (**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Для некоторых смесей, содержащих галогенсодержащие углеводороды, например хлористый метилен или три- хлорэтилен, как было установлено, не наблюдается отчетливой вспышки. Вместо значительного увеличения испытательного пламени (без ореола) имеет место изменение цвета испытательного пламени с голубого на желто-оранжевый). Продолжительное нагревание и испытание таких проб при температуре, превышающей температуру окружающей среды, может привести к возгоранию паров за пределами испытательного тигля, что увеличивает опасность возникновения пожара (Приложения Х.1 и Х.2).

9.6 Испытание прекращают, и зажигательное устройство убирают. Крышку поднимают, вытирают шарик термометра. Вынимают тигель, выливают содержимое и насухо вытирают тигель.

9.7 Если в любой момент проведения испытания, начиная от первого подноса зажигательного устройства до определения температуры вспышки, скорость повышения температуры испытуемой пробы не соответствует требуемой скорости, испытание прекращают, результат этого определения не учитывают. Испытание затем повторяют, регулируя нагревательное устройство таким образом, чтобы достичь необходимой скорости повышения температуры, или используя уточненное значение предполагаемой температуры вспышки, или и то и другое вместе.

9.8 Не допускается для повторного испытания использовать пробу, которая уже испытывалась ранее. Для повторного испытания необходимо использовать только новую пробу.

10 Установка с автоматическим управлением

10.1 Для определения температуры вспышки используют такую установку с автоматическим управлением, с помощью которой можно проводить испытания в соответствии с разделом 9. В установке может использоваться газовая горелка или электрический поджигающий электрод. Размеры тигля и крышки указаны на Рисунках А.1.1 и А.1.2.

10.6 Для испытания проб с низкой температурой вспышки может потребоваться система охлаждения для нагревательной ванны.

11 Подготовка установки с автоматическим управлением

11.1 Прибор устанавливают на ровной устойчивой поверхности, например на столе, в помещении, в котором отсутствует заметное движение воздуха. Хорошей практикой, но не требованием, является защита установки экраном от движения воздуха.

11.6 Пользователь установки с автоматическим управлением должен соблюдать следующие инструкции изготовителя, касающиеся калибровки, поверки и функционирования оборудования.

11.2.1 Систему детектирования настраивают в соответствии с инструкцией изготовителя.

11.2.2 Устройство измерения температуры калибруют в соответствии с инструкциями изготовителя.

11.2.3 Функционирование установки с автоматическим управлением проверяют не реже одного раза в год путем определения температуры вспышки аттестованного стандартного образца (CRM), например указанного в Приложении А.2, температура вспышки которого близка к предполагаемой температуре вспышки испытуемых проб. Стандартный образец испытывают по методу настоящего стандарта, регистрируют температуру вспышки, полученную по 9.5, и корректируют ее на барометрическое давление (Раздел 13). Полученные значения температуры вспышки должны находиться в пределах, приведенных в Таблице А.2.1 для указанного стандартного образца (CRM), или в пределах диапазона значений, рассчитанных для стандартного образца (CRM), не включенного в эту таблицу (Приложение А.2).

11.2.4 После проверки функционирования установки может определяться температура вспышки вторичных рабочих смесей (SWSs) на соответствие их предельным контрольным значениям. Эти вторичные смеси могут затем использоваться при последующих проверках функционирования установки (Приложение А.2).

11.2.5 Если определенное значение температуры вспышки не попадает в диапазон значений, указанных в 11.2.3 или 11.2.4, проверяют состояние и работу установки с целью удостовериться в соответствии установки требованиям, приведенным в Приложении А.1, и в первую очередь в части герметичности крышки (см. А.1.1.3), работы задвижки, положения зажигательного устройства (см. А.1.1.3.3), а также угла расположения термометра (см. А.1.1.3.4). После проведения любой регулировки испытание повторяют (см. 11.2.3), используя новую испытуемую пробу и выполняя все требования данного метода испытания.

12 Проведение испытания с использованием установки с автоматическим управлением

12.1 Регулируют внешнюю систему охлаждения, если это требуется, для охлаждения жидкости ванны до температуры, которая была бы на 10 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

12.2 В установку вставляют испытательный тигель в необходимое положение.

12.3 Вводят данные о предполагаемой температуре вспышки; это позволит поверхности нагревательной ванны охлаждаться до требуемой минимальной начальной температуры.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если испытуемая проба имеет низкую температуру, для установления соответствующей скорости нагревания тигель и крышку рекомендуется предварительно охладить. Для этого тигель с крышкой в сборе помещают в устройство, которое охлаждено на 10 °С (18 °F) ниже запрограммированной предполагаемой температуры вспышки.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Значение температуры вспышки, определенное в режиме «неизвестная температура вспышки», следует рассматривать как приблизительное. Это значение можно использовать в качестве предполагаемой температуры вспышки при испытании новой испытуемой пробы в стандартном режиме функционирования установки.

12.4 Используя градуированный цилиндр отмеряют (50 ± 0,5) мл жидкости и не допуская смачивания стенок выше уровня отметки, помещают пробу в тигель. При необходимости пробу и градуированный цилиндр предварительно охлаждают, чтобы температура испытуемой пробы во время определения температуры вспышки составляла (27 ± 5) °С [(80 ± 10) °F] или была на 10 °С (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки (в зависимости от того, какая из них ниже). Очень важно, чтобы температура пробы была на 10 °С ниже предполагаемой температуры вспышки во время перемещения пробы из контейнера в цилиндр и из цилиндра в тигель. Пузырьки с поверхности испытуемой пробы убирают кончиком ножа или другим подходящим предметом. Вытирают насухо внутреннюю поверхность крышки чистой тряпочкой или салфеткой, впитывающей влагу; затем закрепляют крышку с устройством контроля температуры на круглом выступе. Соединяют задвижку и активатор зажигательного устройства, если им оборудована установка, с корпусом крышки. При использовании газовой горелки зажигают ее и регулируют пламя так, чтобы его диаметр был 4 мм. Если установка оснащена электрическим зажигательным устройством, его настраивают в соответствии с инструкциями изготовителя. Проверяют способность зажигающего устройства опускаться и подниматься и правильность функционирования установки. Нажимают кнопку пуска. Если сразу же наблюдается вспышка, испытание прекращают и результат этого определения не учитывают. В этом случае следующую испытуемую пробу

следует охладить на 10 °С (18 °F) ниже первоначально установленной температуры испытуемой пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Чтобы не повредить или не сместить систему определения температуры вспышки или устройство измерения температуры, следует соблюдать осторожность при очистке и установке крышки. Необходимо выполнять инструкции изготовителя по надлежащему уходу и содержанию установки.

12.5 Установка автоматически контролирует проведение испытания, установленного в методе настоящего стандарта. При появлении вспышки прибор регистрирует температуру и автоматически прекращает испытание. Если вспышка возникает при первом применении зажигательного устройства, испытание прекращают, результат этого определения не учитывают и испытание повторяют с новой испытуемой пробой. (**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Для некоторых смесей, в состав которых входят галогенсодержащие углеводороды, например хлористый метилен или трихлорэтилен, четкой вспышки не наблюдается. Вместо значительного увеличения испытательного пламени (но без ореола) происходит изменение его цвета с голубого на желто-оранжевый. Последующее нагревание и испытание проб этих продуктов при температуре, превышающей температуру окружающей среды, может привести к возгоранию паров за пределами тигля, что увеличивает опасность возникновения пожара. В Приложениях X1 и X2 приведена более подробная информация.

12.6 Когда установка охладится до безопасной температуры [ниже 55 °С (130 °F)], снимают крышку и извлекают тигель, установку очищают в соответствии с инструкциями изготовителя.

13 Протокол испытаний

13.1 Поправка на барометрическое давление. Во время и в месте проведения испытания измеряют и записывают значение барометрического давления. Если давление отличается от значения 101,3 кПа (760 мм рт.ст.), вычисляют температуру вспышки с поправкой на стандартное барометрическое давление:

1 Скорректированная температура вспышки = $C + 0{,}25\ (101{,}3 - p)$

2 Скорректированная температура вспышки = $F + 0{,}06\ (760 - P)$ (1)

3 Скорректированная температура вспышки = $C + 0{,}033\ (760 - P)$,

где,

C - зафиксированная температура вспышки, °С;

F - зафиксированная температура вспышки, °F; p – барометрическое давление, кПа;

P - барометрическое давление, мм рт.ст

13.2 Барометрическое давление, используемое в расчетах, - это

атмосферное давление в лаборатории во время испытания. Некоторые анероидные барометры, например использующиеся на метеорологических станциях и в аэропортах, предварительно откорректированы для снятия показаний на уровне моря. Показания таких барометров не используют.

13.3 В протоколе испытаний указывают скорректированную температуру вспышки с точностью до 0,5 °С (или 1 °F).

14 Точность и отклонение метода

14.1 При рассмотрении показателей точности результатов с доверительной вероятностью 95 % используют следующие критерии:

14.1.1 Сходимость-расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного времени при правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати может превышать следующие значения:

Температура вспышки, °С (°F)	Сходимость, °С (°F)
Ниже 60 °С (140 °F)	1,2 °С (2,0 °F)
60 °С (140 °F) и выше	1,6 °С (3,0 °F)

14.1.2 Воспроизводимость-расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного времени при правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати может превышать следующие значения:

Температура вспышки, °С (°F)	Воспроизводимость, °С (°F)
Ниже 60 °С (140 °F) 60	4,3 °С (8 °F)
°С (140 °F) и выше	5,8 °С (10 °F)

13.4 Отклонение-определить отклонение от метода настоящего стандарта не представляется возможным, так как температуру вспышки в приборе Тага можно определить только в условиях данного метода. Проводимые межлабораторные испытания подтверждают, что результаты определения температуры вспышки с помощью приборов с ручным и автоматическим управлением совпадают. В случае возникновения спорной ситуации должно быть проведено испытание по методу с применением прибора с ручным управлением, который является арбитражным.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Наличие в продукте хлорсодержащих соединений и воды может привести к значительному различию результатов, полученных с помощью прибора с

ручным и автоматическим управлением. Для таких продуктов показатели точности могут не применяться.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Показатели точности были установлены в 1991 году при выполнении программы[1)], предусматривающей испытания проб восьми продуктов. Двенадцать лабораторий проводили испытания с использованием прибора с ручным управлением и семнадцать лабораторий - с использованием установки с автоматическим управлением. Сведения об испытуемых продуктах и среднем значении их температуры вспышки представлены в отчете.

---

[1] Дополнительную информацию можно найти в отчете R.R:S15-1007, который хранится в Главном управлении ASTM.

Приложение А
(обязательное)

А.1 Прибор

А 1.1 Прибор Тага с закрытым тиглем

А 1.1.1 Прибор Тага с закрытым тиглем состоит из тигля, крышки с зажигательным устройством и ванны с жидкостью, соответствующих приведенным ниже требованиям:

А 1.1.2 Тигель должен быть изготовлен из латуни или другого нержавеющего металла с такой же теплопроводностью и иметь размеры, указанные на Рисунке А.1.1.

А 1.1.3 Крышка

А.1.1.3.1 Крышка круглой формы, изготовленная из нержавеющего металла, имеет обод, выступающий книзу приблизительно на 15,9 мм, скользящую задвижку, устройство, которое одновременно открывает задвижку и нажимает на зажигательное устройство, и наклонную втулку, в которую вставляют уплотнительное кольцо для термометра тигля. На Рисунке А.1.2 изображена верхняя поверхность крышки и указаны расположение и размеры трех отверстий, которые открываются и закрываются с помощью задвижки, а также расположение и размеры отверстия для термометра тигля.

А.1.1.3.2 Обод крышки должен плотно прилегать к круглому выступу ванны с жидкостью, причем величина зазора не должна превышать 0,4 мм, чтобы крышка была плотно прижата к верхней части тигля, находящегося в ванне. Если это требование не соблюдается, необходимо добиться вертикального расположения тигля в ванне с помощью тонкого металлического кольца, помещенного под бортик тигля.

А.1.1.3.3 Задвижка должна быть такого размера и формы, чтобы она закрывала все три отверстия в крышке в положении «закрыто» и открывала их полностью в положении «открыто». Сопло устройства воздействия пламенем (если такое устройство используется) по размерам должно соответствовать указанным в Таблице А.1.1. Зажигательное устройство должно иметь такую конструкцию, чтобы задвижка, открывающая отверстие, надавливала наконечник устройства в точке, находящейся приблизительно на 2 мм правее горизонтальной оси, проходящей через середину отверстия крышки (Рисунок А.1.3). Зажигательное устройство устанавливают примерно в центре отверстия. Если наконечник полностью опущен, его нижняя часть должна находиться ниже уровня крышки.

А.1.1.3.4 Втулку с уплотнительным кольцом для термометра тигля располагают под углом, чтобы шарик термометра находился приблизительно в центре тигля (по горизонтали), на расстоянии, указанном в Таблице А1.1.

А.1.1.4 Ванна для жидкости, имеющая размеры, указанные на рисунке А.1.3, может быть изготовлена из латуни, меди или из другого

нержавеющего металла. Наиболее предпочтительно использование листового металла № 20 B&S толщиной 0,812 мм. Для обеспечения поддержания требуемой температуры желательно облицевать ванну теплоизолирующим материалом.

А.1.1.5 Нагревательный прибор любого типа (электрический, газовый и т. п.), обеспечивающий температуру в соответствии с разделом 9. Рекомендуется использовать электрический нагревательный прибор, регулируемый трансформатором.

А.1.1.6 Подставка для ванны. При использовании электрического нагревательного прибора используют подставку любого типа. Для спиртовой лампы или газовой горелки требуется подставка, приведенная на Рисунке 1 настоящего стандарта, защищающая устройство подогрева от движения воздуха (если испытания проводят в помещении, в котором происходит заметное движение воздуха).

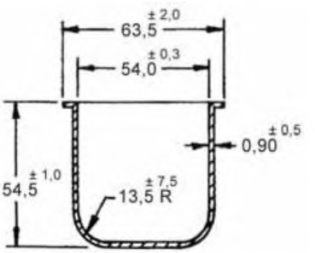
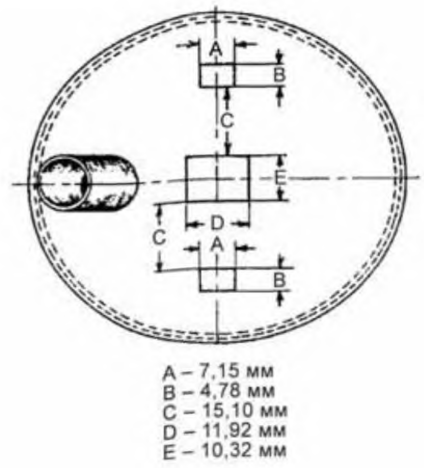
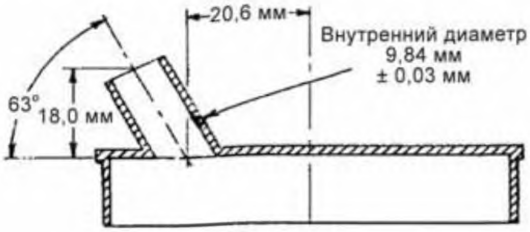


Рисунок А.1.1 – Тигель для пробы



ПРИМЕЧАНИЕ Все размеры (если не указано иное) имеют допуск – ± 0,13 мм.



ПРИМЕЧАНИЕ Размеры и расположение втулки для термометра являются рекомендуемыми.

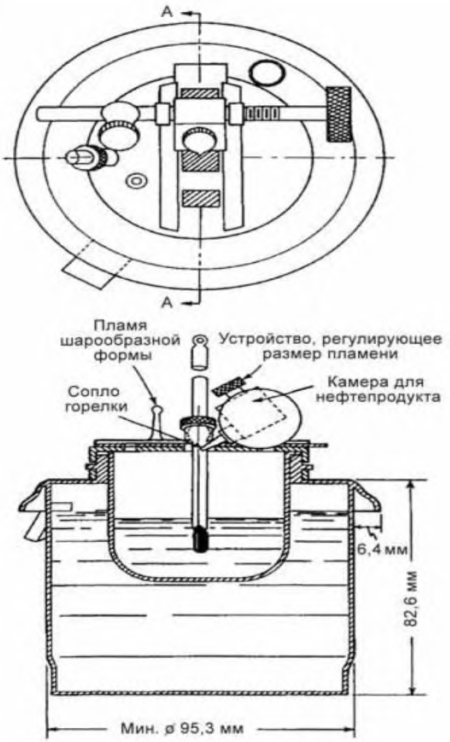
Соответствие размеров

мм	мм
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

Рисунок А.1.2 – Верхняя поверхность крышки и размеры отверстий

Таблица А.1.1 – Требования к размерам

Расстояние от верхней части тигля до уровня жидкости в ванне	27,8 ± 0,4 мм
Расстояние от верхней части тигля до уровня пробы	29,4 ± 0,8 мм
Расстояние от нижней точки шарика термометра до верхней части тигля (когда он установлен в тигель)	45,0 ± 0,8 мм
Внутренний диаметр тигля	54,0 ± 0,3 мм
Диаметр пламени на верхней части крышки	4,0 ± 0,8 мм
Внутренний диаметр сопла в верхней части пламенного устройства	1,2 ± 0,3 мм
Наружный диаметр сопла в верхней части пламенного устройства	Не более 2,0 мм



Соответствие размеров

мм	мм
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

Рисунок А.1.3 – Ванна для жидкости и тигель в приборе с ручным управлением в разрезе

А.2 Проверка функционирования аппаратуры

А.2.1 Аттестованный стандартный образец (CRM) - это насыщенный углеводород, степень чистоты которого не менее 99 молярных долей, или другой стабильный нефтепродукт с установленной температурой вспышки,

определенной при межлабораторных исследованиях в соответствии с требованиями СТ РК ASTM D6300-2013 (действующего взамен ASTM RR:D02-1007) или Руководства ИСО 34 и Руководства ИСО 35.

Таблица А.2.1-Температура вспышки и допускаемые предельные отклонения CRM

Углеводород	Чистота,молярная доля, %, не менее	Температура вспышки, ° С	Предельные отклонения, °С
n- декан	99	50,9	± 2,3
n-ундекан	99	67,1	± 2,3

А.2.1.1 Значения температуры вспышки, скорректированные на барометрическое давление для некоторых стандартных образцов, и предельные отклонения этих значений приведены в таблице А.2.1 (Примечание А.2.2). Каждую партию стандартных образцов поставщики должны сопровождать сертификатом, в котором указывают их температуру вспышки. Предельные отклонения для других CRM можно определить, уменьшив значение воспроизводимости данного метода испытания на результат, полученный в межлабораторных испытаниях, и затем умножив на 0,7 (отчет RR:S15-1007).

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.1 Дополнительную информацию о межлабораторных исследованиях по определению температуры вспышки можно найти в отчете RR:S15-1010.

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.2 Продукты, их степень чистоты, значения температуры вспышки и предельные отклонения температуры, приведенные в таблице А.2.1, были получены в результате исследований по программе межлабораторных испытаний ASTM (отчет RR:S15-1010[1)]) с целью определения пригодности использования их в качестве контрольных жидкостей в методе определения температуры вспышки. Продукты с другими степенью чистоты и температурой вспышки и предельными отклонениями также могут быть пригодными для этих целей, если они изготовлены в соответствии с требованиями СТ РК ASTM D6300-2013 (взамен действующего ранее RR:D02-1007) или Руководства ИСО 34 и Руководства ИСО 35. Перед использованием этих продуктов следует внимательно изучить сертификаты на партию поставляемого продукта, так как значение температуры вспышки в значительной степени зависит от состава CRM.

[1] Вспомогательные данные были поданы в штаб-квартире ASTM International и могут быть получена путем запроса Research Report RR: S15-1010.

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.3 n-ксилол, полученный от любого известного поставщика химических веществ, можно использовать в качестве стандартные образцы при условии, что она отвечает требованиям, приведенным в А.2.1.1.

А.2.2 Вторичная рабочая смесь (SWS) - это насыщенный углеводород, степень чистоты которого не менее 99 молярных долей, или другой

нефтепродукт, состав которого известен и который можно считать стабильным.

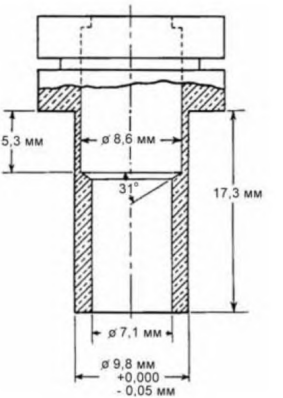
А.2.2.1 Среднее значение температуры вспышки и предельные контрольные отклонения (3а) для вторичной рабочей смеси определяют с применением стандартных статистических методов (Примечание А.2.4). См. СТ РК ASTM D6299-2013.

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.4 Типовая методика определения среднего значения температуры вспышки предусматривает испытание представительных проб продуктов на предварительно проверенной с использованием CRM аппаратуре, статистический анализ результатов и расчет среднего арифметического значения без учета резко выделяющегося значения; или проведение работ по межлабораторной программе с участием трех лабораторий, каждая из которых проводит испытания двух представительных проб и проводит расчет среднего значения температуры вспышки с применением стандартных статистических методов.

А.3 Настройки при изготовлении аппаратуры

А.3.1 Термометр тигля, который соответствует также требованиям, предъявляемым к термометрам с диапазоном измерения низких температур, используемым для определения температуры вспышки в приборе Мартенс-Пенского по методу СТ РК ИСО 2719, снабжен металлическим или политетрафторэтиленовым уплотнительным кольцом, предназначенным для закрепления термометра во втулке, расположенной на крышке прибора для определения температуры вспышки. Это уплотнительное кольцо поставляют с переходником, который используется для втулки большего диаметра, применяемой в приборе Мартенс-Пенского. Разница в размерах этих втулок не влияет существенным образом на результат испытаний, однако является причиной излишнего беспокойства для изготовителей и поставщиков приборов, а также для пользователей.

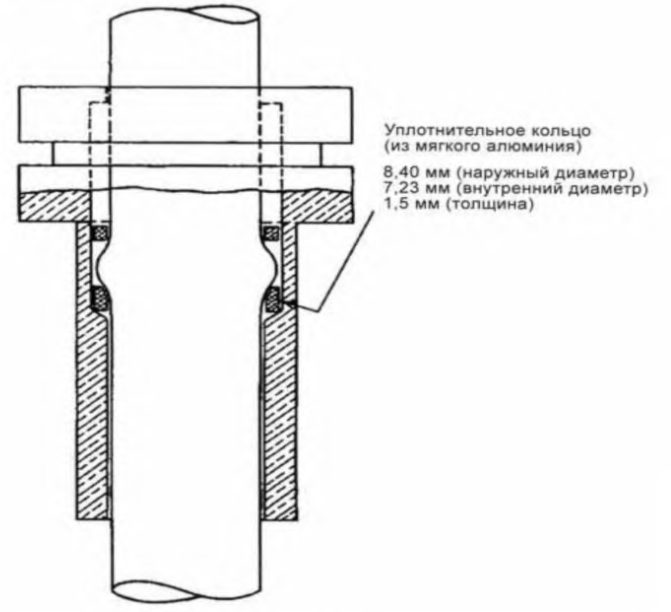
А.3.2 Подкомитет Е01.21 по стандартным образцам, квалификационным испытаниям и аккредитации лабораторий, изучив эту проблему, установил требования к размерам втулки. Эти размеры указаны на Рисунках А.1.1, А.3.1 и А.3.2. Соответствие требованиям по размерам не обязательно, но желательно как для пользователей, так и для поставщиков приборов Тага с закрытым тиглем.



Соответствие размеров

мм	мм
0,05	8,6
5,3	9,8
7,1	17,3

Рисунок А.3.1 – Размеры втулки для термометра (рекомендуемые)



Соответствие размеров

мм
1,5
7,23
8,40

Рисунок А.3.2 – Размеры уплотнительного кольца термометра (рекомендуемые)

Приложение Х.1
(информационное)

Х.1 Явление «искажения» температуры вспышки

Х.1.1 При определении температуры вспышки некоторых смесей может возникнуть ситуация, когда невоспламеняемый компонент пробы обладает способностью быть неактивным в виде пара над поверхностью жидкости, и вследствие этого - препятствовать возникновению вспышки. В этом случае температура вспышки продукта «маскируется», поэтому результат определения температуры вспышки либо завышен, либо вспышка отсутствует.

Х.1.2 Явление «искажения» температуры вспышки наиболее часто наблюдается для воспламеняющихся жидкостей, в состав которых входят некоторые галогенсодержащие углеводороды, например дихлорметан (хлористый метилен) и трихлорэтилен.

Х.1.3 В таких условиях четкая вспышка (как определено в 3.1.1) не наблюдается. Вместо значительного распространения пламени наблюдается изменение его цвета с голубого на желтооранжевый.

Х.1.4 Длительное нагревание и определение температуры вспышки при температуре, превышающей температуру окружающей среды, становится причиной значительного нагревания воспламеняющихся паров за пределами тигля, например над испытательным пламенем. Если такое явление не распознать, оно может стать причиной возникновения пожара.

Х.1.5 В случае возникновения такого явления при определении температуры вспышки указанных видов продуктов испытание рекомендуется прекратить.

Х.1.6 Более подробная информация, касающаяся определения температуры вспышки и воспламеняемости смесей, приведена в ASTM E 502

Приложение Х.2
(информационное)

Х2 Определение температуры вспышки и воспламеняемости смесей

Х.2.1 Температура вспышки может использоваться для характеристики воспламеняемости жидких продуктов с целью определения их области применения, однако температура вспышки не является самой низкой температурой, при которой продукт содержит воспламеняющиеся пары.

Х.2.2 Для некоторых чистых продуктов при отсутствии вспышки воспламеняемость все же имеет место. К этой категории относятся продукты, требующие большого пространства для возникновения вспышки, например трихлорэтилен. Воспламенение этого продукта отсутствует в приборе, размеры которого такие же, как и у прибора для определения температуры вспышки, однако его пары являются воспламеняемыми и загораются при поджигании в приборе достаточных размеров.

Х.2.3 Если жидкость содержит воспламеняющиеся и невоспламеняющиеся компоненты, могут иметь место следующие явления. Жидкость может содержать воспламеняемые пары при определенных условиях и не вспыхивать в закрытом тигле. Это явление происходит тогда, когда невоспламе- няющийся компонент является летучим и присутствует в достаточном количестве для того, чтобы пары в закрытом тигле были инертными, предотвращая тем самым вспышку. Кроме того, бывают случаи, когда в парах присутствует значительное количество невоспламеняющегося компонента и продукт в этом случае не вспыхивает.

Х.2.4 Жидкости, содержащие высоколетучий невоспламеняющийся компонент или примесь, не вспыхивающие вследствие воздействия на них невоспламеняющегося компонента, могут образовывать с воздухом в соответствующих пропорциях воспламеняющиеся смеси, если полностью испарятся.

Приложение Е
(информационное)

Таблица Е.1 - Перечень технических отклонений модифицированного национального стандарта

Раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение	Модификация
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки на приборе Мартенс-Пенского с закрытым тиглем) была заменена на СТ РК ИСО 2719[1]-2005 «Определение температуры вспышки. Метод с использованием прибора Мартенс – Пенского с закрытым тиглем».
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки жидкостей на установке с закрытым тиглем с малой шкалой) была заменена на СТ РК ASTM D3828-2013 «Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле малого размера
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов) была заменена на СТ РК ИСО 3170[2]-2006 «Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб».
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Практика для применения статистических обеспечений качества и методы контроля диаграмм для оценки производительности системы аналитического измерения) была заменена на СТ РК ASTM D6299-2013 «Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы».
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Руководство по определению показателей точности и отклонения методов испытания нефтепродуктов и смазочных материалов) была заменена на СТ РК ASTM D6300-2013 «Руководство для определения данных точности и погрешности для использования в методах тестирования для нефтяных продуктов и смазывающих веществ».

Таблица Е.1 - Перечень технических отклонений модифицированного национального стандарта *(продолжение)*

Раздел 1. Область применения. Пункт 1.1.1 Приложение А.3 Пункт А.3.1	Ссылка на стандарт ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки на приборе Мартенс-Пенского с закрытым тиглем) была заменена на СТ РК ИСО 2719[1]-2005 «Определение температуры вспышки. Метод с использованием прибора Мартенс –Пенского с закрытым тиглем».
Раздел 1. Область применения. Пункт 1.3	Ссылка на стандарт ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки жидкостей на установке с закрытым тиглем с малой шкалой) была заменена на СТ РК ASTM D3828-2013 «Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле малого размера»
Раздел 7. Отбор проб. Пункт 7.3	Ссылка на стандарт ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов) была заменена на СТ РК ИСО 3170[2]-2006 «Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб».
Приложение А. Пункт А.2.2.1	Ссылка на стандарт ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Практика для применения статистических обеспечений качества и методы контроля диаграмм для оценки производительности системы аналитического измерения) была заменена на СТ РК ASTM D6299-2013 «Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы».
Приложение А. Пункт А.2.1	Ссылка на стандарт ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Руководство по определению показателей точности и отклонения методов испытания нефтепродуктов и смазочных материалов) была заменена на СТ РК ASTM D6300-2013 «Руководство для определения данных точности и погрешности для использования в методах тестирования для нефтяных продуктов и смазывающих веществ».
Пояснение: Замена нормативных ссылок произведена с целью гармонизации настоящего стандарта с базой нормативных документов Республики Казахстан. [1] степень соответствия – (IDT) идентичный [2] степень соответствия – (IDT) идентичный	

УДК 665.761.3.035 **МКС 75.080**

Ключевые слова: горючий; пожароопасность; легковоспламеняющийся; вспышка; тага в закрытом тигле;

Для заметок

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru