ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ ISO 3679-2014

НЕФТЕПРОДУКТЫ И ДРУГИЕ ЖИДКОСТИ

Ускоренный метод определения температуры вспышки в закрытом тигле в равновесных условиях

НАФТАПРАДУКТЫ І ІНШЫЯ ВАДКАСЦІ

Паскораны метад вызначэння тэмпературы ўспышкі ў закрытым тыглі ў раўнаважных умовах

(ISO 3679:2004, IDT)

Издание официальное



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2-2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

2 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 45 от 25 июня 2014 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

3 Настоящий стандарт подготовлен на основе СТБ ISO 3679-2008

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3679:2004 Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method (Определение температуры вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях).

Международный стандарт разработан техническими комитетами по стандартизации ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы» и ISO/TC 35 «Краски и лаки» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ГОСТ 1.5-2001.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 14 октября 2014 г. № 47 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ (с отменой СТБ ISO 3679-2008)

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

© Госстандарт, 2015

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и материалы 2
6 Аппаратура 2
7 Подготовка аппаратуры 3
8 Отбор проб 3
9 Обращение с пробой 4
10 Проведение испытаний 4
11 Обработка результатов 5
12 Представление результатов 6
13 Прецизионность 6
14 Протокол испытаний 7
Приложение A (обязательное) Аппаратура для определения температуры вспышки 8
Приложение B (обязательное) Технические требования к термометрам 12
Приложение C (обязательное) Проверка функционирования аппаратуры 13
Приложение D (справочное) Применение тигельной вставки 16
Библиография 17

Введение

Настоящий стандарт устанавливает один из двух методов определения температуры вспышки в закрытом тигле в равновесных условиях для испытания красок, лаков, связующих красок, растворителей, клеев, нефтепродуктов и родственных им продуктов. При выборе метода определения его следует рассматривать совместно со вторым методом, установленным в ISO 1523 [4]. При использовании детектора вспышки (А.1.6) метод настоящего стандарта также может применяться для определения температуры вспышки метиловых эфиров жирных кислот (FAME).

Согласно методу настоящего стандарта и методу, приведенному в ISO 1523, определение проводят только тогда, когда испытуемый продукт и паровоздушная смесь над ним в испытательном тигле находятся в состоянии, близком к температурному равновесию.

Использование аппаратуры, отвечающей требованиям настоящего стандарта, позволяет получить аналогичные результаты ускоренным методом при испытании меньшего количества пробы (2 мл или 4 мл), чем это необходимо по ISO 1523. Кроме того, аппаратура может быть изготовлена в портативном исполнении, что позволяет применять ее в полевых условиях помимо ее обычного применения в лаборатории.

При выполнении совместной работы (см. [6]) установлено, что результаты, полученные при проведении определения по указанным методам, сопоставимы. При интерпретации результатов определения температуры вспышки смесей растворителей, содержащих галогенированные углеводороды, следует проявлять особую осторожность, поскольку при испытании данных смесей могут быть получены несвойственные им результаты (см. [7]).

Значения температуры вспышки не являются постоянным физико-химическим показателем испытуемых продуктов. Они зависят от конструкции аппаратуры, условий, в которых она эксплуатируется, а также от используемого метода определения. Поэтому температура вспышки может быть определена только стандартизированным методом испытания, а общая достоверная корреляция между результатами, полученными различными методами или с использованием аппаратуры, отличающейся от установленной, не может быть определена.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

НЕФТЕПРОДУКТЫ И ДРУГИЕ ЖИДКОСТИ
Ускоренный метод определения температуры вспышки в закрытом тигле в равновесных условиях

НАФТАПРАДУКТЫ І ІНШЫЯ ВАДКАСЦІ
Паскораны метад вызначэння тэмпературы ўспышкі ў закрытым тыглі ў раўнаважных умовах

Petroleum products and other liquids
Determination of flash point by rapid equilibrium closed cup method

Дата введения 2016-01-01

Предупреждение – При применении настоящего стандарта могут использоваться опасные вещества, операции и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья и установление ограничений по применению стандарта до начала его применения.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры вспышки в закрытом тигле красок (включая водорастворимые), связующих красок, лаков, клеев, растворителей, нефтепродуктов и родственных им продуктов в диапазоне значений от минус 30 °С до 300 °С. При использовании детектора вспышки (А.1.1) метод настоящего стандарта также может применяться для определения температуры вспышки метиловых эфиров жирных кислот (FAME).

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ISO 1513:2010 Paints and varnishes – Examination and preparation of test samples (Краски и лаки. Контроль и подготовка образцов для испытания)

ISO 3170:2004 Petroleum liquids – Manual sampling (Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб)

ISO 3171:1988 Petroleum liquids – Automatic pipeline sampling (Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов)

ISO 15528:2000 Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes – Sampling (Краски, лаки и сырье для красок и лаков. Отбор проб)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **температура вспышки** (flash point): Наименьшая температура испытуемой порции пробы (измеренная установленным методом), скорректированная на барометрическое давление 101,3 кПа, при которой применение испытательного пламени вызывает мгновенное воспламенение паров и распространение пламени над поверхностью жидкости при заданных условиях испытания.

Издание официальное

4 Сущность метода

Испытуемую порцию пробы помещают в испытательный тигель, который поддерживается при температуре, равной предполагаемой температуре вспышки испытуемого продукта. По истечении заданного времени применяют испытательное пламя и отмечают наличие или отсутствие вспышки. Проводят последующие испытания новых порций пробы до тех пор, пока температура вспышки не будет определена с заданной точностью.

5 Реактивы и материалы

5.1 Очищающий растворитель

Используют соответствующий растворитель, предназначенный для удаления следов предыдущей пробы из испытательного тигля и крышки.

Примечание – Выбор растворителя зависит от предыдущей пробы и прочности прилипания остатка. Для удаления следов нефтепродуктов может использоваться низколетучий ароматический растворитель (не содержащий бензол), для удаления остатков смолистого типа эффективными могут быть смешанные растворители, например толуол-ацетон-метанол (ТАМ).

5.2 Жидкости для проверки функционирования аппаратуры

Используют ряд сертифицированных стандартных образцов (CRM) и/или вторичных рабочих стандартных образцов в соответствии с приложением С.

6 Аппаратура

6.1 Общие положения

Описание аппаратуры, включающее подробное описание испытательного тигля и крышки в собранном виде, с указанием размеров и специальных требований приведено на рисунках А.1 – А.5 приложения А. Для определения температуры вспышки во всем диапазоне температур (от минус 30 °С до плюс 300 °С) может потребоваться использование более одного прибора.

6.2 Шприцы

6.2.1 **Шприц вместимостью 2 мл,** отрегулированный на дозирование (2,00 ± 0,05) мл и оснащенный при необходимости иглой, пригодной для применения с прибором при температуре до 100 °С включительно. При испытании FAME используют пробы объемом 2 мл при всех температурах.

6.2.2 **Шприц вместимостью 5 мл,** отрегулированный на дозирование (4,00 ± 0,10) мл и оснащенный при необходимости иглой, пригодной для применения с прибором при температуре выше 100 °С. При испытании FAME использование шприца вместимостью 5 мл не требуется.

6.3 **Барометр** с точностью отсчета 0,1 кПа.

Применение анероидных барометров, например используемых на метеостанциях и в аэропортах, изначально откорректированных для снятия показаний на уровне моря, не допускается.

6.4 **Нагревательная баня или печь** (на выбор) для нагревания при необходимости проб, обеспечивающие регулировку температуры с погрешностью не более ±5 °С. Если используется печь, то она должна быть выполнена во взрывобезопасном для паров углеводородов исполнении.

Рекомендуется использовать печь со взрывобезопасной конструкцией.

6.5 **Охлаждающая баня или морозильная камера** (на выбор) для охлаждения проб, обеспечивающая охлаждение пробы до температуры, которая на 10 °С меньше предполагаемой температуры вспышки, и регулировку температуры с погрешностью не более ±5 °С. Если используется морозильная камера, она должна иметь взрывобезопасную конструкцию.

6.6 **Вытяжной кожух** (используется по усмотрению пользователя) для минимизации тяги, устанавливается сзади и с двух сторон прибора.

Примечание – Можно использовать кожух высотой 350 мм, шириной 480 мм и глубиной 240 мм.

6.7 **Тигельная вставка** (дополнительно). См. приложение D.

Примечание – Для проб, которые трудно удалить, можно использовать металлическую тонкостенную тигельную вставку.

7 Подготовка аппаратуры

7.1 Общие положения

Выбирают прибор, соответствующий предполагаемой температуре вспышки. Настройку и эксплуатацию аппаратуры осуществляют в соответствии с инструкцией изготовителя. Применение тигельной вставки (6.7) при испытании склонных к прилипанию материалов описано в приложении D.

7.2 Расположение аппаратуры

Устанавливают аппаратуру (приложение А) на горизонтальную устойчивую поверхность в таком месте, где нет движения воздуха.

Если защита от движения воздуха отсутствует, рекомендуется применять вытяжной кожух (6.6).

Примечание – При испытании продуктов, которые могут образовывать токсичные пары, аппаратуру можно поместить в вытяжной шкаф с автономной регулировкой воздушного потока, настроенный таким образом, чтобы удаление паров могло происходить без образования воздушных потоков вокруг испытательного тигля во время проведения определения.

7.3 Очистка испытательного тигля и вспомогательных деталей

Очищают испытательный тигель, крышку и вспомогательные детали соответствующим растворителем (5.1) для удаления следов смол и остатка, оставшихся от предыдущего испытания. Уход и техническое обслуживание прибора осуществляют в соответствии с инструкцией изготовителя.

Примечание 1 – Окончательное удаление следов применяемого растворителя можно проводить, используя струю чистого сухого воздуха.

Примечание 2 – Отверстие для заполнения можно легко очистить ершиком.

7.4 Проверка аппаратуры

7.4.1 Правильность функционирования аппаратуры проверяют не реже одного раза в год путем проведения испытаний сертифицированных стандартных образцов (CRM) (5.2). Полученные результаты не должны отличаться более чем на 2/R от сертифицированных значений CRM, где R – воспроизводимость метода (см. 13.3).

Более частые проверки рекомендуется проводить с использованием вторичных рабочих стандартных образцов (SWS) (5.2).

Примечание 1 – Рекомендуемая процедура проверки правильности функционирования аппаратуры с использованием сертифицированных стандартных образцов (CRM) и вторичных рабочих стандартных образцов (SWSs), а также изготовления вторичных стандартных образцов приведена в приложении С.

7.4.2 Численные значения, полученные в результате контрольной проверки, не должны использоваться для определения отклонения и корректировки значений температуры вспышки, определяемых с использованием аппаратуры после проведения проверки.

Если прибор не прошел проверку на правильность функционирования, оператору рекомендуется убедиться в том, что:

a) соединение крышки с испытательным тиглем является паронепроницаемым;

b) заслонка обеспечивает светонепроницаемость соединения с крышкой;

c) шарик термометра и погруженную часть столбика термометра окружает теплопроводная паста надлежащего качества.

8 Отбор проб

8.1 Если не указано иное, пробы отбирают в соответствии с процедурами, приведенными в ISO 15528, ISO 3170, ISO 3171 или в эквивалентном национальном стандарте.

8.2 Пробу объемом, достаточным для проведения испытания, помещают в плотно укупориваемый контейнер, изготовленный из материала, пригодного для отбираемой пробы, и с целью обеспечения безопасности убеждаются в том, что контейнер заполнен до уровня 85 % – 95 % от его вместимости.

Если планируется проведение более одного определения, то объем испытуемой порции пробы следует выбирать таким образом, чтобы выполнялись условия 9.1.1.

8.3 Пробы хранят в условиях, обеспечивающих минимальную потерю паров и рост давления. Следует избегать хранения проб при температуре выше 30 °С.

9 Обращение с пробой

9.1 Нефтепродукты и метиловые эфиры жирных кислот

9.1.1 **Отбор испытуемой порции пробы.** Охлаждают в охлаждающей бане или морозильной камере (6.5) или регулируют температуру пробы и ее контейнера таким образом, чтобы значение температуры было не менее чем на 10 °С ниже значения первой выбранной температуры вспышки перед открытием контейнера для отбора испытуемой порции пробы. Если аликвоту первоначальной пробы необходимо сохранить до проведения испытания, убеждаются в том, что контейнер заполнен не менее чем на 85 % от его вместимости. Для обеспечения однородности испытуемую часть пробы осторожно перемешивают таким образом, чтобы потеря летучих компонентов и легких фракций была минимальной.

Примечание – Заполнение контейнера пробой менее чем на 85 % от его вместимости может повлиять на результат определения температуры вспышки.

9.1.2 **Пробы, находящиеся при температуре окружающей среды в жидком состоянии.** Если проба является достаточно жидкой, то перед отбором испытуемой порции пробу перемешивают легким встряхиванием рукой, принимая при этом меры предосторожности с целью минимизации потерь летучих компонентов. Если проба является слишком вязкой при температуре окружающей среды, то ее нагревают в контейнере в нагревательной бане или печи (6.4) до температуры не более чем на 10 °С ниже температуры испытания для того, чтобы пробу можно было перемешать осторожным встряхиванием.

9.1.3 **Твердые или полутвердые пробы.** Если путем нагревания в соответствии с 9.1.2 испытуемый продукт невозможно довести до текучего состояния, достаточного для его введения в тигель через отверстие, то испытуемую порцию пробы переносят в тигель с открытой крышкой с использованием дозатора сухого вещества или шпателем.

9.2 Краски, лаки и относящиеся к ним продукты

Пробы подготавливают в соответствии с процедурами, приведенными в ISO 1513.

10 Проведение испытаний

10.1 Общие положения

10.1.1 Установку температуры испытания на требуемое значение температуры вспышки проводят в соответствии с инструкцией изготовителя.

10.1.2 Для проведения испытания FAME необходимо использовать детектор вспышки (А.1.6).

10.1.3 Испытательное пламя применяют к испытуемой порции пробы не более одного раза. Для каждого определения используют новую порцию испытуемой пробы. После каждого определения выключают контрольное и испытательное пламя с помощью клапана регулировки газа. После уменьшения температуры до безопасного уровня удаляют испытуемую порцию пробы и очищают прибор.

10.1.4 Не следует путать действительную вспышку с голубоватым ореолом, который иногда образуется вокруг испытательного пламени и предшествует применению испытательного пламени, вызывающего действительную вспышку.

Примечание – Образование голубого ореола не оказывает влияния на детектор вспышки (А.1.6), используемый по усмотрению, и оператору не требуется тщательно следить за определением температуры вспышки.

10.1.5 Отмечают давление окружающей среды во время испытания вблизи прибора путем снятия показания барометра (6.3).

Примечание – Корректировать показание барометрического давления на 0 °С не обязательно, хотя конструкция некоторых барометров предусматривает автоматическое проведение данной корректировки.

10.2 Проведение испытания для жидкостей с температурой вспышки до 100 °С включительно и для FAME во всем диапазоне температур

10.2.1 Заполняют чистый и сухой шприц (6.2.1), доведенный до температуры, которая не менее чем на 10 °С ниже предполагаемой температуры вспышки, испытуемой порцией пробы объемом 2 мл. Для сведения к минимуму потерь летучих компонентов контейнер с пробой закрывают сразу же после отбора испытуемой порции.

10.2.2 Осторожно вставляют шприц в отверстие для заполнения и вводят испытуемую порцию пробы в испытательный тигель надавливанием поршня шприца до упора. Шприц извлекают.

10.2.3 Твердые и полутвердые пробы переносят прямо в испытательный тигель массой, эквивалентной приблизительно 2 мл, и как можно равномернее распределяют их по дну тигля.

10.2.4 Включают таймер на 1 мин (А.1.3). Открывают клапан регулировки газа и поджигают контрольное и испытательное пламя. Регулируют пламя таким образом, чтобы его размер соответствовал калибровочному кольцу диаметром 4 мм. При использовании детектора вспышки (А.1.6) сбрасывают его значение на ноль.

10.2.5 После подачи таймером звукового сигнала применяют испытательное пламя, медленно и равномерно открывая и затем закрывая заслонку в течение периода длительностью от 2 до 3 с. Проверяют наличие вспышки (см. 10.1.4).

Если после открытия заслонки и применения испытательного пламени образуется непрерывное светящееся пламя, то температура вспышки значительно ниже температуры испытания. В этом случае рекомендуется снизить температуру испытания на 10 °С.

10.2.6 Если происходит вспышка, испытание повторяют в соответствии с 10.2.1 – 10.2.5, используя новую порцию пробы и начиная применять испытательное пламя при температуре, которая на 5 °С ниже температуры, при которой была отмечена вспышка. Если вспышка при данной пониженной температуре также происходит, температуру испытания уменьшают еще на 5 °С и снова повторяют испытание. Испытания повторяют до тех пор, пока не будет отмечено отсутствие вспышки.

10.2.7 Если вспышки не происходит, испытание повторяют в соответствие с 10.2.1 – 10.2.5 с использованием новой порции пробы, начиная применять испытательное пламя при температуре, которая на 5 °С выше температуры предыдущего испытания. Испытания повторяют через интервалы 5 °С до тех пор, пока не будет отмечена вспышка.

10.2.8 Испытания повторяют согласно 10.2.1 – 10.2.5 через интервалы 1 °С с использованием новой порции пробы для каждого испытания, начиная с наименьшей температуры интервала 5 °С, установленного в 10.2.6 или 10.2.7, до регистрации вспышки. Записывают показание термометра при появлении вспышки как температуру вспышки при проведении испытания с интервалом 1 °С. Если требуется повышенная точность, проводят испытание новой порции пробы при температуре, которая на 0,5 °С ниже температуры вспышки, установленной при определении с интервалом 1 °С. Если вспышки не происходит, то температура, установленная при проведении испытания с интервалом 1 °С, является температурой вспышки с точностью до 0,5 °С. Если вспышка происходит, то новое показание термометра является регистрируемым значением температуры вспышки.

10.3 Проведение испытания для жидкостей с температурой вспышки выше 100 °С [кроме испытания FAME (см. 10.2)]

10.3.1 Заполняют чистый и сухой шприц (6.2.2) испытуемой порцией пробы объемом 4 мл. Для сведения к минимуму потерь летучих компонентов контейнер с пробой закрывают сразу же после отбора испытуемой порции.

10.3.2 Осторожно вставляют шприц в отверстие для заполнения и вводят испытуемую порцию пробы в испытательный тигель надавливанием поршня шприца до упора. Шприц извлекают.

10.3.3 Твердые и полутвердые пробы переносят прямо в испытательный тигель массой, эквивалентной приблизительно 4 мл, и как можно равномернее распределяют их по дну тигля.

10.3.4 Включают таймер на 2 мин (А.1.3). Открывают клапан регулировки газа и поджигают контрольное и испытательное пламя. Регулируют пламя таким образом, чтобы его размер соответствовал калибровочному кольцу диаметром 4 мм. При использовании детектора вспышки (А.1.6) сбрасывают его значение на ноль.

10.3.5 Проводят испытание в соответствии с 10.2.5 – 10.2.8 и записывают установленное значение температуры вспышки.

11 Обработка результатов

11.1 Если значение барометрического давления выражено в единицах измерения, отличных от килопаскалей, то давление переводят в килопаскали с использованием одного из следующих равенств:

– значение в гПа × 0,1 = кПа;

– значение в мбар × 0,1 = кПа;

– значение в мм рт. ст. × 0,133 3 = кПа.

11.2 Корректировка измеренного значения температуры вспышки на стандартное барометрическое давление

Рассчитывают температуру вспышки T_c, скорректированную на стандартное барометрическое давление 101,3 кПа, по следующей формуле:

$$T_c = T_o + 0{,}25(101{,}3 - p), \quad (1)$$

где T_o – установленное значение температуры вспышки при барометрическом давлении окружающей среды, °С;

p – барометрическое давление окружающей среды, кПа.

Примечание – Данное равенство строго выполняется только в диапазоне значений барометрического давления от 98,0 до 104,7 кПа.

12 Представление результатов

Результат определения температуры вспышки, скорректированный на стандартное барометрическое давление, записывают в зависимости от установленных требований с точностью до 0,5 °С или 1,0 °С.

Записывают температурный интервал применения испытательного племени 0,5 °С или 1,0 °С.

Записывают барометрическое давление окружающей среды вблизи аппаратуры (см. 10.1.5).

13 Прецизионность

13.1 Общие положения

Показатели прецизионности, приведенные в 13.2, 13.3 и таблице 1, получены в результате статистической обработки результатов межлабораторных испытаний проб нефтепродуктов и родственных им продуктов, проб FAME и проб красок, эмалей и лаков с вязкостью менее 150 мм^2/с при 25 °С.

13.2 Повторяемость *r*

Расхождение между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях испытания на идентичном испытуемом продукте при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные в таблице 1.

13.3 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на номинально идентичном испытуемом продукте при нормальном и правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Показатели прецизионности

Диапазон	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С
Нефтепродукты и родственные им продукты от 20 °С до 70 °С выше 70 °С	 0,5 $0{,}022X^{0{,}9}$	 $0{,}03(X + 29)$ $0{,}083X^{0{,}9}$
Краски, эмали и лаки с вязкостью 5,8 мм^2/с при 37,8 °С и ниже с вязкостью выше 5,8 мм^2/с при 37,8 °С	 1,7 3,3	 3,3 5,0
FAME	1,9	15,0
Примечание – X является среднеарифметическим значением анализируемых результатов.		

Примечание – Значения, указанные ниже, рассчитаны с использованием показателей прецизионности, приведенных в таблице 1 для нефтепродуктов и родственных им продуктов.

Температура, °С	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С
20	0,5	1,4
70	0,5	2,9
93	1,3	4,9
150	2,0	7,5
200	2,6	9,9
260	3,3	12,4

14 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать как минимум следующую информацию:
a) ссылку на настоящий стандарт;
b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;
c) результат испытания (см. раздел 12);
d) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода;
e) дату испытания.

Приложение А
(обязательное)

Аппаратура для определения температуры вспышки

А.1 Аппаратура

А.1.1 Испытательный тигель в собранном виде

А.1.1.1 **Общие положения.** Вид сверху и изображение тигля в собранном виде приведены на рисунках А.1 – А.5.

А.1.1.2 **Металлический блок,** изготовленный из алюминиевого сплава или коррозионно-стойкого металла с аналогичной теплопроводностью, с цилиндрическим углублением (испытательный тигель) и боковым отверстием для установки датчика температуры (А.1.4). В рабочем положении датчик температуры (шарик термометра) должен быть окружен термопластичным соединением с соответствующей теплопроводностью (см. примечание ниже).

Примечание – Можно использовать силиконовые теплоотводящие соединения.

А.1.1.3 **Крышка,** оснащенная открывающейся заслонкой и устройством для введения испытательного пламени диаметром (4 ± 0,5) мм в тигель при открытой заслонке. Сопло горелки при введении в тигель должно пересекать плоскость нижней стороны крышки в пределах ±0,1 мм. Крышка должна иметь отверстие для ввода испытуемой порции пробы в испытательный тигель, а также подходящее зажимное приспособление для обеспечения герметичного соединения крышки с металлическим блоком. Три отверстия в крышке должны находиться в пределах диаметра тигля. Заслонка должна иметь пружину или другое приспособление для фиксации положения, в котором отверстия полностью закрыты при закрытом положении заслонки. При открытом положении заслонки два ее отверстия должны совпадать с соответствующими отверстиями в крышке. Кольцевое уплотнение должно быть изготовлено из термостойкого материала и обеспечивать герметичное соединение крышки с тиглем, когда крышка находится в закрытом положении.

Примечание – В некоторых приборах опускание пламени при проведении испытания происходит автоматически.

А.1.1.4 **Электрический нагреватель,** соединенный со дном испытательного тигля таким способом, который обеспечивает эффективную передачу тепла. Терморегулятор нагревателя должен обеспечивать поддержание температуры испытательного тигля, измеряемой встроенным термометром, и температуры в зоне без движения воздуха в пределах ±0,5 °С при проведении испытания при температурах до 100 °С и в пределах ±2,0 °С при проведении испытаний при температурах выше 100 °С.

А.1.2 Испытательное и контрольное пламя

Оба пламени получают при помощи любого подходящего горючего газа (например, природного газа, сетевого коммунального газа или сжиженных нефтяных газов). Калибровочное кольцо диаметром 4 мм должно быть выгравировано на крышке вблизи испытательного пламени.

А.1.3 Таймер

Таймер, обеспечивающий подачу звукового сигнала по истечении (60 ± 2) с и (120 ± 4) с.

А.1.4 Датчик температуры

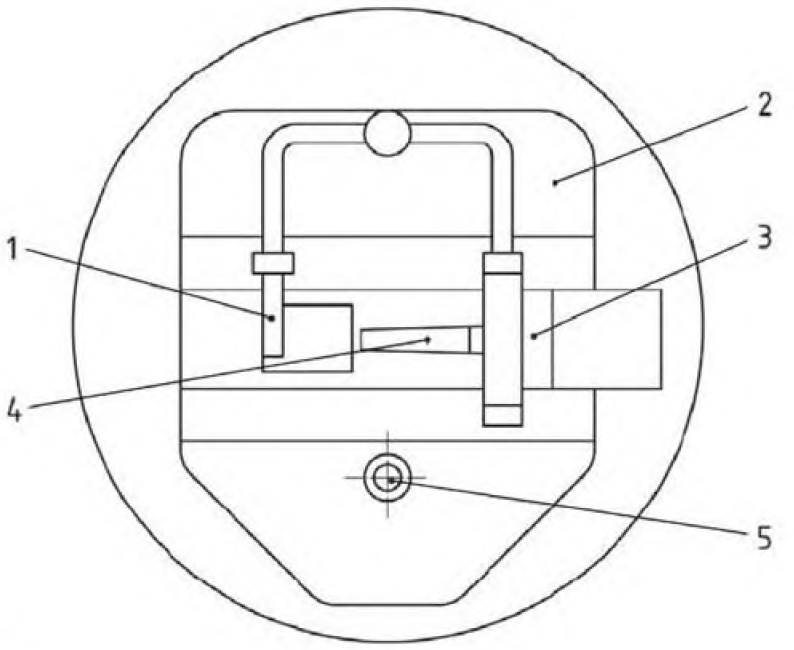
Жидкостный стеклянный термометр, отвечающий требованиям, установленным в приложении В, или альтернативное устройство и/или система измерения температуры с эквивалентной точностью. Выбор датчика температуры должен осуществляться с учетом предполагаемой температуры вспышки испытуемого продукта.

А.1.5 Охлаждающее устройство для испытательного тигля (дополнительно)

Термоэлектрический охладитель или другое подходящее устройство для охлаждения.

А.1.6 Детектор вспышки (дополнительно)

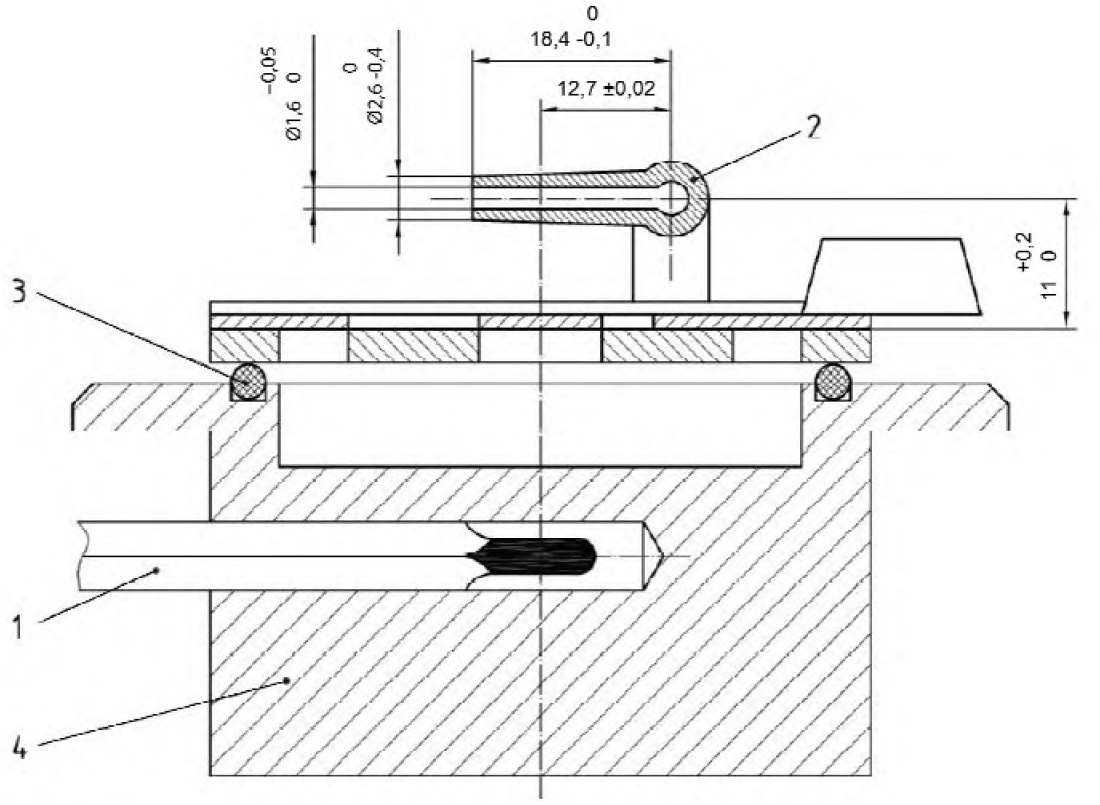
Устройство с термопарой малой массы для определения пламени, вызывающего вспышку. Вспышка регистрируется, если увеличение температуры на 6,0 °С происходит не менее чем за 100 мс.



Условные обозначения:
1 – сопло контрольного пламени;
2 – крышка;
3 – заслонка;
4 – сопло испытательного пламени;
5 – отверстие для ввода пробы

Рисунок А.1 – Вид сверху испытательного тигля в собранном виде

Размеры в миллиметрах



Условные обозначения:
1 – датчик температуры;
2 – сопло испытательного пламени;
3 – кольцевое уплотнение;
4 – металлический блок

Рисунок А.2 – Поперечное сечение блока через сопло горелки

Размеры в миллиметрах

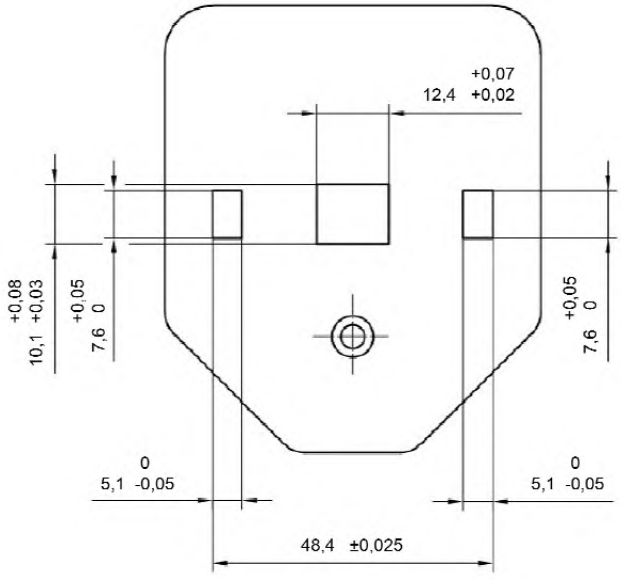


Рисунок А.3 – Крышка

Размеры в миллиметрах

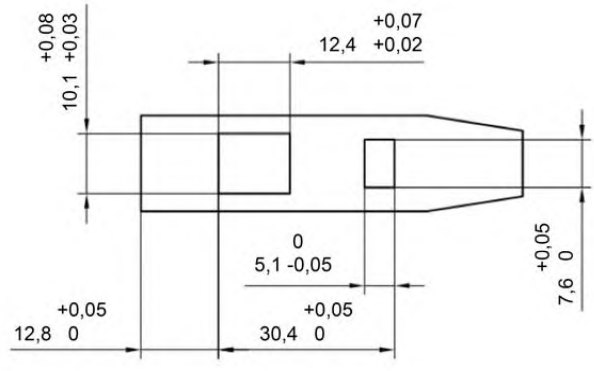


Рисунок А.4 – Заслонка

Размеры в миллиметрах

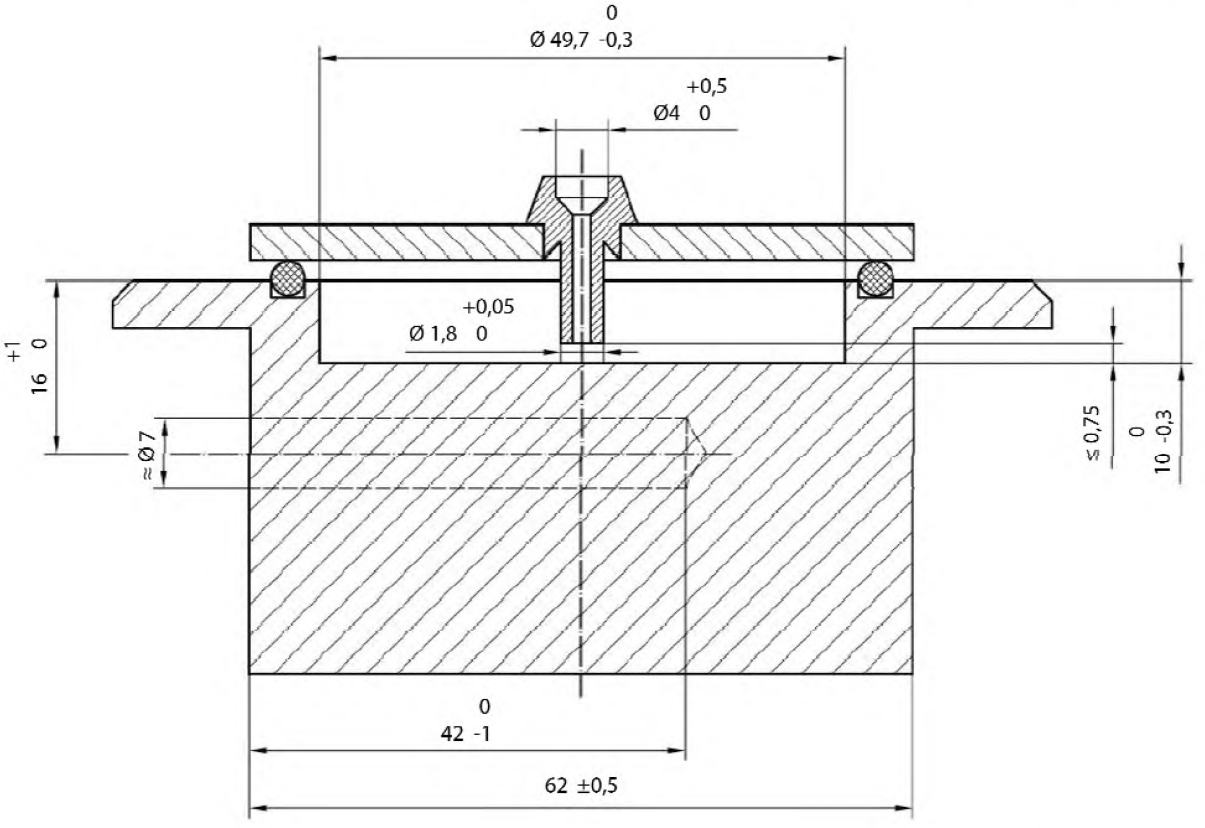


Рисунок А.5 – Поперечное сечение испытательного блока через отверстие для ввода пробы

Приложение В
(обязательное)

Технические требования к термометрам

В.1 Стеклянные жидкостные термометры

В таблице В.1 приведены технические требования к стеклянным жидкостным термометрам, указанным в А.1.4. Альтернативные устройства и/или системы измерения температуры должны соответствовать требованиям к точности шкалы с учетом частичного погружения данных термометров.

Таблица В.1 – Технические требования к термометрам

Тип термометра	Для измерения отрицательных температур	Для измерения низких температур	Для измерения высоких температур
Температурный диапазон, °С	От –30 до +100	От 0 до 100	От 100 до 300
Погружение, мм	44	44	44
Отметки шкалы, °С:			
– малые деления	1	1	2
– длинные штрихи через каждые	5	5	10
– числовые отметки через каждые	10	10	10
– максимальная ширина штриха, мм	0,15	0,15	0,15
Погрешность шкалы, °С, max	0,5	0,5	2,0
Расширительная камера	Требуется	Требуется	Требуется
Общая длина, мм	195 – 200	195 – 200	195 – 200
Наружный диаметр капиллярной трубки OD [a], мм	6 – 7	6 – 7	6 – 7
Длина резервуара, мм	10 – 14	10 – 14	10 – 14
Наружный диаметр резервуара OD [a], мм	4 – 6	4 – 6	4 – 6
Расположение шкалы:	–30	0	100
– от дна резервуара до отметки шкалы, °С	57 – 61	48 – 52	48 – 52
– расстояние, мм	115 – 135	115 – 135	115 – 135
– длина шкалы измерения, мм			

Примечание – Термометры IP 91C (для измерения низких температур) и IP 98C (для измерения высоких температур) отвечают требованиям, указанным выше. В настоящее время нумерация термометров для измерения отрицательных температур не используется.

[a] OD – наружный диаметр.

Приложение С
(обязательное)

Проверка функционирования аппаратуры

С.1 Общие положения

В данном приложении приведена процедура приготовления вторичных рабочих стандартных образцов (SWS) и проведения проверки с использованием SWS и сертифицированных стандартных образцов (CRM).

Функционирование приборов следует регулярно проверять с использованием CRM, приготовленных в соответствии с ISO Guide 34 [2] и ISO Guide 35 [3], или внутренних стандартных образцов/SWS, приготовленных в соответствии с одной из процедур, приведенных в С.2.2. Оценку функционирования прибора следует проводить в соответствии с требованиями Руководства ISO Guide 33 [1] и ISO Guide 4259 [5].

Оценка результатов испытания предполагает 95%-ный доверительный интервал достоверности результата.

С.2 Стандартные образцы для контрольных проверок

С.2.1 **Сертифицированный стандартный образец (CRM),** состоящий из чистого насыщенного углеводорода или другого стабильного вещества с температурой вспышки, определенной в соответствии с ISO Guide 34 и ISO Guide 35 с использованием метод-зависимого межлабораторного исследования для получения метод-зависимого сертифицированного значения.

С.2.2 **Вторичный рабочий стандартный образец (SWS),** состоящий из стабильного нефтепродукта, или чистого углеводорода, или другого стабильного вещества с температурой вспышки, определенной в результате:

a) проведения не менее трех раз испытания представительной пробы с использованием прибора, предварительно проверенного с помощью CRM, статистического анализа результатов испытания и расчета после исключения выпадающих значений среднеарифметического значения результатов определения;

b) выполнения программы межлабораторных испытаний с участием не менее трех лабораторий, проводивших испытание представительных проб два раза. Значение температуры вспышки следует рассчитывать после статистической обработки результатов межлабораторных испытаний.

Хранить SWS следует в контейнерах, которые будут сохранять целостность стандартного образца, в месте, защищенном от прямого солнечного света, при температуре, не превышающей 10 °С.

С.3 Проведение проверки

С.3.1 Выбирают CRM или SWS, температура вспышки которых находится в диапазоне значений температур вспышки, которые будут определяться с использованием прибора. Приблизительные значения температуры вспышки приведены в таблице С.1.

Для того чтобы охватить как можно более широкий диапазон температур вспышки, рекомендуется использовать два CRM или SWS. Также рекомендуется проводить повторные испытания аликвот проб CRM и SWS.

С.3.2 Для нового прибора и не реже одного раза в год для эксплуатируемого прибора проводят контрольную проверку с использованием CRM (С.2.1), осуществляя испытание в соответствии с разделом 10.

С.3.3 Для промежуточной проверки выполняют контрольную проверку с использованием SWS (С.2.2), осуществляя испытание в соответствии с разделом 10.

Таблица С.1 – Приблизительные значения температуры вспышки углеводородов в закрытом тигле

Вещество	Номинальное значение температуры вспышки, °С
2,2,4-Триметилпентан (изооктан)	–9,5
Метилбензол (толуол)	6,0
Октан	14
1,4-Диметилбензол	27
Нонан	32
Декан	49
Ундекан	63
Додекан	81
Тетрадекан	109
Гексадекан	134

С.3.4 Результат испытания корректируют на стандартное барометрическое давление в соответствии с разделом 11. Скорректированный результат испытания записывают в протокол с точностью до 0,1 °С.

С.4 Оценка результатов испытания

С.4.1 Сравнивают скорректированный (ые) результат (ы) с сертифицированным значением CRM или установленным значением SWS.

При использовании формул, приведенных в С.4.1.1 и С.4.1.2, предполагается, что воспроизводимость рассчитана в соответствии с ISO 4259, сертифицированное значение CRM или установленное значение SWS получено в результате выполнения процедуры, установленной в ISO Guide 35, и что погрешность данного значения мала по сравнению со стандартным отклонением метода испытания и, соответственно, незначительна по сравнению с воспроизводимостью метода испытания *R*.

С.4.1.1 Однократное испытание

Для однократного испытания, проводимого на CRM или SWS, расхождение между полученным результатом испытания и сертифицированным значением CRM или установленным значением SWS должно находиться в пределах следующего допускаемого отклонения:

$$|x - \mu| \le \frac{R}{\sqrt{2}},$$

где x – результат испытания;

μ – сертифицированное значение CRM или установленное значение SWS;

R – воспроизводимость метода испытания.

С.4.1.2 Многократные испытания

Если количество параллельных испытаний с использованием CRM или SWS равно n, то расхождение между среднеарифметическим результатом определения и сертифицированным значением CRM или установленным значением SWS должно находиться в пределах следующего допускаемого отклонения:

$$|\overline{x} - \mu| \le \frac{R_1}{\sqrt{2}},$$

где $\overline{x}$ – среднеарифметическое значение результатов испытания;

μ – сертифицированное значение CRM или установленное значение SWS;

$$R_1 = \sqrt{R^2 - r^2\left(1 - \frac{1}{n}\right)},$$

где R – воспроизводимость метода испытания;

r – повторяемость метода испытания;

n – число параллельных испытаний, проводимых на CRM или SWS.

С.4.2 Если результат испытания находится в пределах допускаемых отклонений, отмечают данный факт в протоколе.

С.4.3 Если результат не попадает в пределы допускаемых отклонений и для контрольной проверки использовался SWS, испытание повторяют с использованием CRM. Если результат испытания с использованием CRM попадает в пределы допускаемых отклонений, отмечают данный факт в протоколе, SWS бракуют (выбрасывают).

С.4.4 Если результат испытания по-прежнему не попадает в пределы допускаемых отклонений, проверяют состояние и функционирование прибора, а также его соответствие техническим требованиям. Если невозможно установить очевидную причину несоответствия, проводят дальнейшую проверку с использованием различных CRM. Если результат испытания попадает в пределы допускаемых отклонений, отмечают данный факт в протоколе. Если результат испытания по-прежнему не попадает в пределы допускаемых отклонений, прибор направляют для проверки изготовителю.

Приложение D
(справочное)

Применение тигельной вставки

D.1 Общие положения

Полное удаление некоторых проб из испытательного тигля по окончании определения является очень сложным и трудоемким. Применение сменного тонкого металлического тигля обеспечивает устранение данной проблемы.

D.2 Материал тигельной вставки

Можно использовать любую тонкую металлическую фольгу толщиной приблизительно 0,05 мм при условии, что она может точно принимать форму тигля.

D.3 Применение

Придают фольге форму, вдавливая ее в тигель с помощью металлического блока или другого подходящего инструмента. Тигельная вставка должна точно повторять форму тигля.

D.4 Проверка

Проверяют материал тигельной вставки и процедуру ее получения с использованием CRM или SWS (см. 7.4).

Библиография

[1] ISO Guide 33:2000 Uses of certified reference materials
(Использование сертифицированных стандартных образцов)

[2] ISO Guide 34:2000 General requirements for the competence of reference material producers
(Общие требования к компетенции производителей стандартных образцов)

[3] ISO Guide 35:1989 Certification of reference materials – General and statistical principles
(Сертификация стандартных образцов. Общие и статистические принципы)

[4] ISO 1523:2002 Determination of flash point – Closed cup equilibrium method
(Определение температуры вспышки. Метод испытания в закрытом тигле в равновесных условиях)

[5] ISO 4259:1992 Petroleum products – Determination and application of precision datain relation to methods of test
(Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания)

[6] Bell, L.H. J. Inst. Petrol., 57 (556), July 1971

[7] Rybicky, J. and Stevens, J.R. J. Coatings Technol., 53 (676), May 1981: pp. 40 – 42

УДК 665.7.035.3(083.74)(476) МКС 75.080; 87.040 IDT
Ключевые слова: нефтепродукты, другие жидкости, температура вспышки в закрытом тигле, равновесные условия

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 16.04.2015. Подписано в печать 30.04.2015. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,91 Уч.-изд. л. 1,16 Тираж 2 экз. Заказ 377

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru