ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ 1651-2006

Нефтепродукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУР ВСПЫШКИ И ВОСПЛАМЕНЕНИЯ В ПРИБОРЕ С ОТКРЫТЫМ ТИГЛЕМ ПО МЕТОДУ КЛИВЛЕНДА

Нафтапрадукты

ВЫЗНАЧЭННЕ ТЭМПЕРАТУР УСПЫШКІ І ЎЗГАРАННЯ Ў ПРЫБОРЫ З АДКРЫТЫМ ТЫГЛЕМ ПА МЕТАДУ КЛІЎЛЕНДА

(ASTM D 92-05a, IDT)

Издание официальное

БЗ 7-2006



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.612.12(083.74)(476) МКС 75.160.20 КП 03 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, прибор с открытым тиглем Кливленда автоматический, открытый тигель Кливленда, температура вспышки, воспламеняемость

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 31 июля 2006 г. № 35

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 92-05a «Standard test method for flash and fire points by Cleveland open cup tester» (ASTM D 92-05a «Стандартный метод определения температур вспышки и воспламенения в приборе с открытым тиглем по методу Кливленда»).

ASTM D 92-05a разработан Комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.08 по испаряемости.

В стандарт внесено редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM D с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004(04100).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в БелГИСС.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Значение и применение метода 2
6 Аппаратура 3
7 Реактивы и материалы 6
8 Отбор проб 6
9 Подготовка аппаратуры 6
10 Калибровка и стандартизация 7
11 Проведение испытания 8
12 Обработка результатов 10
13 Протокол испытания 11
14 Точность и отклонение метода 11
Приложение А (обязательное) 13
Приложение Х (справочное) 15

Введение

В настоящем стандарте приведен динамический метод определения температур вспышки и воспламенения, точность которого зависит от заданной скорости повышения температуры. Данный метод применяется главным образом для испытания вязких материалов с температурой вспышки 79 °С (175 °F) и выше, а также для определения более высокой, чем температура вспышки, температуры воспламенения, при которой испытуемая проба поддерживает горение в течение не менее 5 с. Метод настоящего стандарта не следует путать с методом испытания по ASTM D 4206, применяемым для определения стабильного горения в открытом тигле при фиксированной температуре 49 °С.

Температура 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 настоящим методом испытания.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУР ВСПЫШКИ И ВОСПЛАМЕНЕНИЯ В ПРИБОРЕ С ОТКРЫТЫМ ТИГЛЕМ ПО МЕТОДУ КЛИВЛЕНДА

Нафтапрадукты
ВЫЗНАЧЭННЕ ТЭМПЕРАТУР УСПЫШКІ І ЎЗГАРАННЯ Ў ПРЫБОРЫ З АДКРЫТЫМ ТЫГЛЕМ ПА МЕТАДУ КЛІЎЛЕНДА

Petroleum products
Determination of flash and fire points by Cleveland open cup tester

Дата введения 2007-02-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температур вспышки и воспламенения нефтепродуктов с использованием ручного или автоматического прибора с открытым тиглем по Кливленду.

Примечание 1 – Температура воспламенения является параметром, который, как правило, не указывают в технических условиях, однако в некоторых случаях знание данной температуры может быть необходимо.

1.2 Настоящий стандарт применим ко всем нефтепродуктам с температурой вспышки выше 79 °С (175 °F) и ниже 400 °С (752 °F), за исключением нефтяных топлив.

Примечание 2 – В некоторых случаях настоящий метод испытания может применяться для определения температуры воспламенения нефтяных топлив. Для определения температуры вспышки нефтяных топлив применяют метод испытания по ASTM D 93. Метод испытания по ASTM D 93 применяют также для определения присутствия веществ, содержащихся в небольших концентрациях и имеющих более низкую температуру вспышки, которые могут быть не обнаружены при проведении испытания по методу настоящего стандарта. Если известно, что температура вспышки ниже 79 °С (175 °F), испытание также можно проводить по ASTM D 1310.

1.3 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Значения, приведенные в скобках, носят только справочный характер.

1.4 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением, если они существуют. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение техники безопасности, охрану здоровья человека и определение границ применимости стандарта до начала его применения. Специальные предупреждения приведены в 6.4, 7.1, 11.1.3 и 11.2.4.

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM[1]:

ASTM D 93 Метод определения температуры вспышки в приборе с закрытым тиглем по Пенски-Мартенсу

ASTM D 140 Руководство по отбору проб битумных материалов

ASTM D 1310 Метод определения температур вспышки и воспламенения жидкостей в приборе с открытым тиглем по Тагу

ASTM D 4057 Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную

ASTM D 4177 Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов

ASTM D 4206 Метод определения стабильного горения жидких смесей в приборе с открытым тиглем малых размеров

[1] Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM gost.e-ecolog.ru олучить в службе работы с потребителями по адресу gost.e-ecolog.ru нформацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

Издание официальное

ASTM E 1 Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM
ASTM E 300 Руководство по отбору проб химических продуктов[2]
2.2 Стандарт Института энергии:[3]
Технические условия на стандартные термометры IP
2.3 Стандарты ИСО:[4]
Руководство 34. Системы качества по производству стандартных образцов
Руководство 35. Сертификация стандартных образцов. Общие и статистические принципы

3 Термины и определения

3.1 Определения

3.1.1 динамическое состояние (dynamic) для нефтепродуктов: Состояние, при котором температура испытуемой пробы в момент применения зажигательного устройства не равна температуре паров над ее поверхностью.

3.1.1.1 Динамическое состояние главным образом обусловлено тем, что при нагревании испытуемой пробы с заданной постоянной скоростью температура паров ниже температуры пробы.

3.1.2 температура воспламенения (fire point) для нефтепродуктов: Наименьшая температура, скорректированная на атмосферное давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), при которой применение зажигательного устройства вызывает воспламенение паров испытуемой пробы с продолжительностью горения не менее 5 с при заданных условиях испытания.

3.1.3 температура вспышки (flash point) для нефтепродуктов: Наименьшая температура, скорректированная на атмосферное давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), при которой применение зажигательного устройства вызывает воспламенение паров испытуемой пробы при заданных условиях испытания.

3.1.3.1 Воспламенением испытуемой пробы является мгновенное распространение пламени после его появления по всей поверхности испытуемого нефтепродукта.

3.1.3.2 Если в качестве источника воспламенения используется испытательное пламя, может образоваться голубой ореол или пламя увеличенных размеров до достижения действительной температуры вспышки. Результат данных наблюдений температурой вспышки не является и во внимание не принимается.

4 Сущность метода

4.1 Приблизительно 70 мл испытуемой пробы вносят в испытательный тигель. Вначале испытуемую пробу нагревают быстро, затем перед достижением температуры вспышки нагрев проводят с меньшей постоянной скоростью. Через определенные промежутки времени перемещают испытательное пламя над тиглем. Температурой вспышки является наименьшая температура жидкости, при которой применение испытательного пламени вызывает воспламенение паров испытуемой пробы. Для определения температуры воспламенения испытание продолжают до тех пор, пока применение испытательного пламени не вызовет воспламенение паров испытуемой пробы с продолжительностью горения не менее 5 с.

5 Значение и применение метода

5.1 Температура вспышки является одним из критериев оценки способности испытуемого нефтепродукта к образованию легковоспламеняющейся смеси с воздухом в контролируемых лабораторных условиях и только одним из многих показателей, которые следует учитывать при оценке опасности воспламенения материала.

5.2 Температура вспышки используется для указания группы легковоспламеняющихся и горючих материалов в инструкциях по перевозке грузов и безопасности. Для точного отнесения данных материалов к той или иной группе руководствуются соответствующими документами.

---

[2] Отменен.

[3] Можно получить в Институте энергии по адресу: 61 New Cavendish St., London, WIM 7AR, U.K.

[4] Можно получить в Национальном институте стандартизации США по адресу: 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036

5.3 Температура вспышки может указывать на присутствие легколетучих и легковоспламеняющихся компонентов в относительно нелетучем или невоспламеняющемся продукте. Например, необычно низкая температура вспышки испытуемой пробы керосина может указывать на присутствие примеси бензина.

5.4 Настоящий метод испытания может применяться для определения и описания свойств материалов, продуктов или входящих в их состав компонентов, проявляющихся при нагревании и применении испытательного пламени в контролируемых лабораторных условиях, но не может использоваться для характеристики или оценки пожароопасности материалов, продуктов или входящих в их состав компонентов в реальных условиях. Однако результаты данного испытания можно использовать в качестве критериев оценки пожароопасности, включающей все факторы, относящиеся к оценке опасности возникновения пожара при конечном использовании продукта.

5.5 Температура воспламенения является одним из критериев оценки способности испытуемого нефтепродукта поддерживать горение.

6 Аппаратура

6.1 Ручной прибор с открытым тиглем для проведения испытания по методу Кливленда

Прибор состоит из тигля, нагревательной плитки, пламенного зажигательного устройства, нагревателя и вспомогательных средств, подробное описание которых приведено в приложении А.1. Ручной прибор в собранном виде, нагревательная плитка и тигель, а также их размеры приведены, соответственно, на рисунках 1 – 3.

6.2 Автоматический прибор с открытым тиглем для проведения испытания по методу Кливленда

Прибор является автоматическим устройством для определения температуры вспышки, с помощью которого испытание должно проводиться в соответствии с порядком, приведенным в разделе 11. В приборе должен использоваться тигель с размерами, указанными в приложении А.1. Испытательное пламя должно применяться в соответствии с приложением А.1.

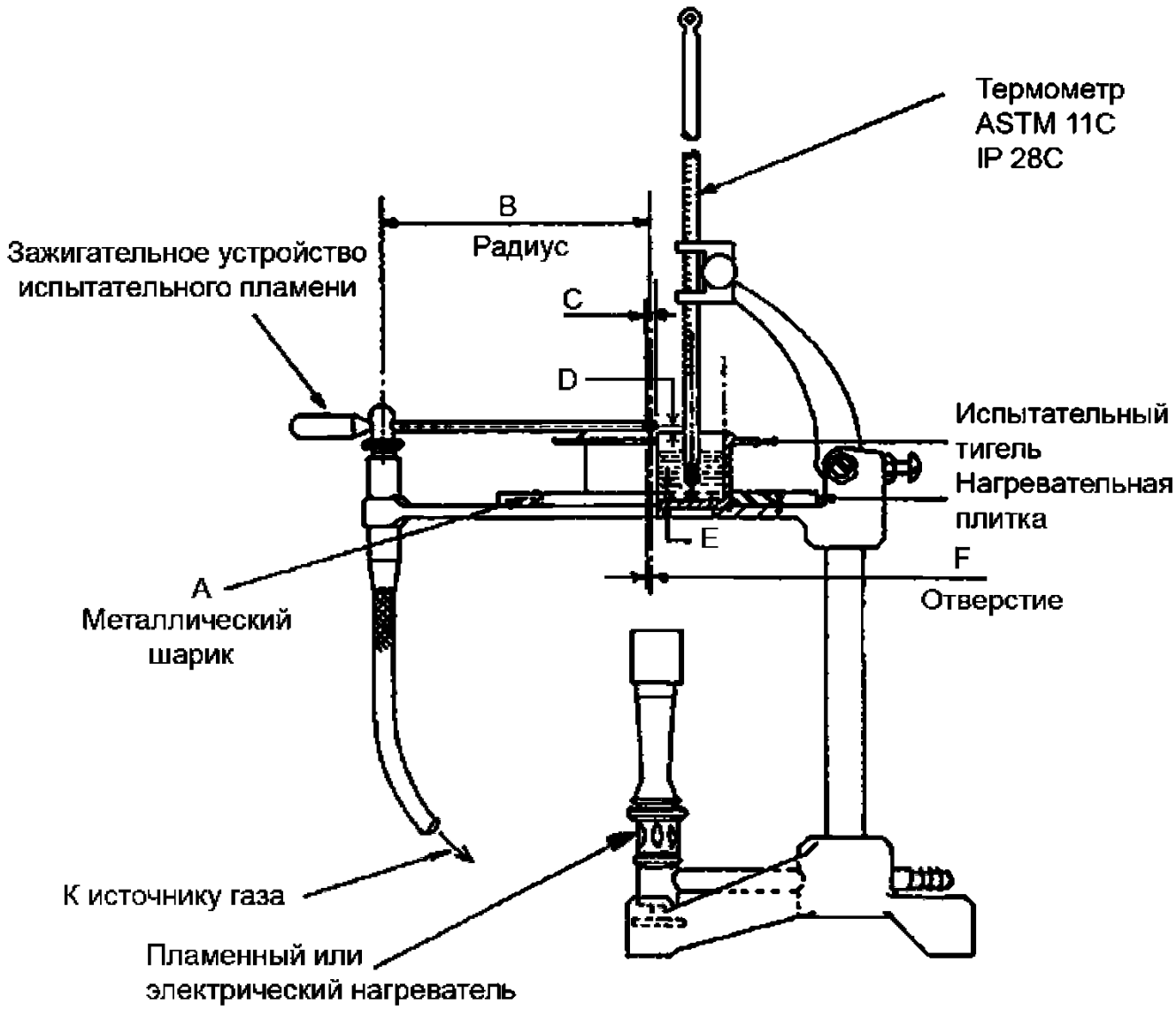
6.3 Устройство для измерения температуры

Термометр с диапазоном измерения, указанным ниже, соответствующий требованиям ASTM E 1 или требованиям технических условий на стандартные термометры IP или электронные устройства для измерения температуры, например термометр сопротивления или термопара. Показания указанных устройств должны совпадать с показаниями ртутных термометров.

Диапазон температур	Обозначение термометра ASTM, IP
От – 6 °С до + 400 °С	11С, 28С
От 20 °F до 760 °F	11F

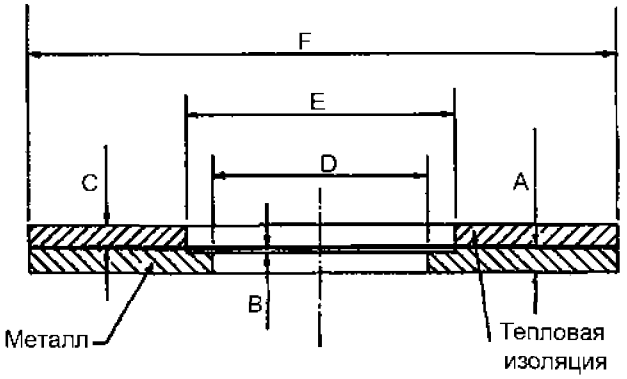
6.4 Испытательное пламя

Пламя, образующееся при горении природного газа (метана) и газа в баллонах (бутана, пропана), является приемлемым для использования в качестве источника зажигания. Подробное описание газопламенного зажигательного устройства приведено в приложении А.1. (**Предупреждение.** Давление газа, создаваемое в приборе, не должно превышать значения 3 кПа (12 дюймов вод. ст.).



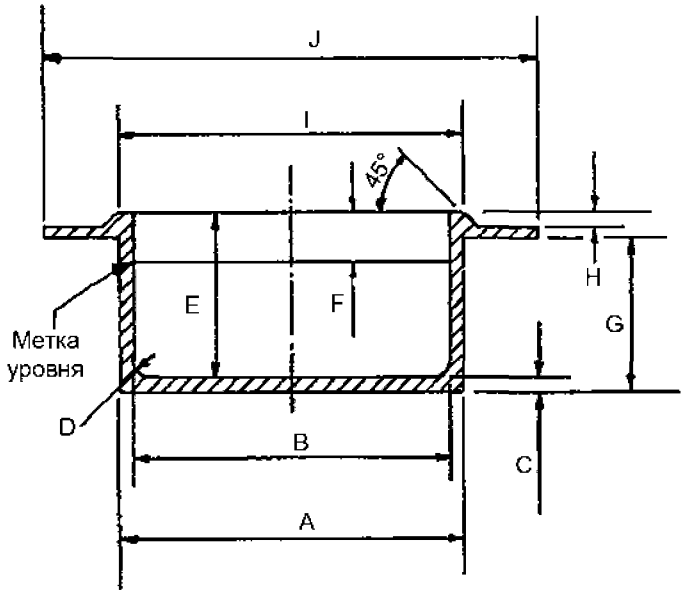
	миллиметры		дюймы	
	min	max	min	max
A – диаметр шарика-шаблона	3,2	4,8	0,126	0,189
B – радиус перемещения пламени	150	номинальное значение	6	номинальное значение
C – диаметр наконечника	1,6	номинальное значение	0,063	номинальное значение
D – расстояние от пламени до плоскости верхнего края тигля	–	2	–	0,078
E – расстояние от дна тигля до термометра	6	7	0,236	0,276
F – диаметр отверстия наконечника	0,8	номинальное значение	0,031	номинальное значение

Рисунок 1 – Прибор с открытым тиглем для испытания по методу Кливленда



	миллиметры		дюймы	
	min	max	min	max
A	6	7	0,236	0,276
B	0,5	1,0	0,020	0,039
C	6	7	0,236	0,276
D – диаметр	55	56	2,165	2,205
E – диаметр	69,5	70,5	2,736	2,776
F – диаметр	146	159	5,748	6,260

Рисунок 2 – Нагревательная плитка



	миллиметры		дюймы	
	min	max	min	max
A – диаметр	67,5	69	2,658	2,717
B – диаметр	63	64	2,480	2,520
C	2,8	3,5	0,110	0,138
D – радиус	4	номинальное значение	0,157	номинальное значение
E	32,5	34	1,280	1,339
F	9	10	0,354	0,394
G	31	32,5	1,221	1,280
H	2,8	3,5	0,110	0,138
I – диаметр	67	70	2,638	2,756
J – диаметр	97	100	3,819	3,937

Рисунок 3 – Открытый тигель Кливленда

7 Реактивы и материалы

7.1 Очищающие растворители

Используют растворитель соответствующей степени чистоты, способный очищать тигель от остатков испытуемой пробы и высушивать его. Наиболее распространенными растворителями являются ацетон и толуол. (**Предупреждение.** Толуол, ацетон и многие другие растворители являются легковоспламеняющимися жидкостями. Опасны для здоровья. Утилизацию растворителей и отходов проводят в установленном порядке.)

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб проводят в соответствии с ASTM D 140, ASTM D 4057, ASTM D 4177 или ASTM E 300.

8.2 Для проведения каждого испытания требуется не менее 70 мл пробы. При отборе пробы для испытания руководствуются требованиями ASTM D 4057.

8.3 При несоблюдении мер по предотвращению потерь летучих продуктов могут быть получены завышенные значения температуры вспышки. Не следует открывать контейнеры, если в этом нет необходимости. Это позволяет предотвратить потерю летучих продуктов и возможное попадание влаги. Перемещение пробы не следует осуществлять до тех пор, пока ее температура не будет как минимум на 56 °C (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки. По возможности, температуру вспышки при испытании пробы следует определять первой и поэтому пробу необходимо хранить при низкой температуре.

Примечание 3 – Проба обычно хранится при комнатной или более низкой температуре.

8.4 Не допускается хранить пробы в газопроницаемых контейнерах, так как легколетучие продукты могут диффундировать через стенки корпуса. Пробы, хранящиеся в негерметичных контейнерах, являются сомнительными и при их испытании не получают достоверных результатов.

8.5 Легкие углеводороды, присутствующие в пробе в виде газов, например пропан или бутан, могут быть не обнаружены при проведении испытания из-за их потерь во время отбора пробы и заполнения испытательного тигля. Это особенно характерно для тяжелых нефтяных остатков и битумов, получаемых при проведении экстракции растворителями.

8.6 Пробы очень вязких продуктов перед проведением испытания можно подогреть до достижения приемлемого текучего состояния. Однако нагрев пробы следует проводить только до достижения данного состояния. Не рекомендуется нагревать пробу до температуры менее чем на 56 °C (100 °F) ниже ожидаемой температуры вспышки. Если проба была нагрета до температуры, не удовлетворяющей данному требованию, перед перемещением пробу охлаждают до тех пор, пока ее температура не станет на 56 °C (100 °F) ниже ожидаемой температуры вспышки.

Примечание 4 – Как правило, контейнеры для таких проб во время нагревания должны оставаться закрытыми.

8.7 Пробы нефтепродуктов, содержащие растворенную или взвешенную воду, могут быть обезвожены с помощью хлорида кальция или фильтрованием через фильтровальную бумагу или сухую гигроскопическую вату. Перед фильтрованием пробы очень вязких продуктов можно подогреть до достижения достаточно жидкого состояния, но их не следует нагревать в течение длительного времени или выше температуры, которая на 56 °C (100 °F) ниже ожидаемой температуры вспышки.

Примечание 5 – Если предполагают, что проба содержит летучие загрязняющие вещества, обработку, описанную в 8.6 и 8.7, не проводят.

9 Подготовка аппаратуры

9.1 Ручной или автоматический прибор устанавливают на горизонтальной устойчивой поверхности, например на столе.

9.2 Испытания проводят в помещении, где нет заметного движения воздуха. Испытания, проводимые в лабораторном вытяжном шкафу или в любом другом месте, где происходит движение воздуха, не приводят к достоверным результатам.

Примечание 6 – От воздействия движения воздуха на пары пробы испытательный тигель рекомендуется защищать экраном, который должен окружать тигель, как минимум, с трех сторон. Некоторые приборы могут быть изначально оснащены защитными экранами.

Примечание 7 – При работе с некоторыми нефтепродуктами, пары или продукты пиролиза которых являются токсичными, прибор вместе с защитным экраном допускается размещать в вытяжном шкафу. Движение воздуха в вытяжном шкафу регулируют таким образом, чтобы удаление паров могло происходить без возникновения воздушных потоков над испытательным тиглем при повышении температуры, начиная со значения, которое на 56 °C (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки.

9.3 Испытательный тигель промывают очищающим растворителем для удаления остатков испытуемой пробы, следов смол или отложений, оставшихся после предыдущего испытания. В случае присутствия каких-либо углеродистых отложений их удаляют с помощью такого материала, как например, очень тонкая стальная стружка. Убеждаются в том, что испытательный тигель перед проведением очередного испытания полностью очищен и высушен. При необходимости испытательный тигель промывают холодной водой и сушат в течение нескольких минут на открытом пламени или горячей электроплитке для удаления следов растворителя и воды. Перед проведением испытания испытательный тигель охлаждают до температуры, которая не менее чем на 56 °C (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки.

9.4 В тигель помещают устройство для измерения температуры в вертикальном положении таким образом, чтобы нижний конец устройства находился на расстоянии (6,4 ± 0,1) мм [(1/4 ± 1/50) дюйма] от дна тигля в точке, равноудаленной от центра и от стенки тигля на диаметре, перпендикулярном дуге (или линии) распространения испытательного пламени. Устройство для измерения температуры располагают на стороне, противоположной той, на которой установлено зажигательное устройство испытательного пламени.

Примечание 8 – При правильном расположении линия погружения термометров ASTM или IP должна находиться на (2 ± 0,1) мм [(5/64 ± 1/50) дюйма] ниже края тигля.

Примечание 9 – Некоторые автоматические приборы позволяют производить установку термометра автоматически. Информация о правильной установке и настройке таких приборов приведена в инструкции изготовителя.

9.5 При подготовке ручного или автоматического прибора к проведению испытаний выполняют инструкции изготовителя по калибровке, проверке и эксплуатации.

10 Калибровка и стандартизация

10.1 Настраивают систему автоматического определения температуры вспышки (при ее использовании) в соответствии с инструкцией изготовителя.

10.2 Проводят калибровку устройства для измерения температуры в соответствии с инструкцией изготовителя.

10.3 Проверку правильности функционирования ручного или автоматического прибора проводят не реже одного раза в год путем определения температур вспышки аттестованных стандартных образцов (CRM), например перечисленных в приложении А.2, температура вспышки которых близка к предполагаемой температуре вспышки испытуемых проб. Испытание стандартных образцов следует проводить в соответствии с методом настоящего стандарта, наблюдаемые значения температур вспышки, полученные в соответствии с 11.1.10 или 11.2.5, должны быть скорректированы на атмосферное давление (см. раздел 12). Полученные значения температур вспышки должны находиться в пределах, установленных в таблице А.2.1 для указанных аттестованных стандартных образцов, или в пределах диапазона значений, рассчитанных для аттестованных стандартных образцов, не перечисленных в таблице (см. приложение А.2).

10.4 После проверки правильности функционирования прибора может быть проведено определение температур вспышки вторичных рабочих стандартных образцов (SWSs) и их контрольных предельных значений. В дальнейшем вторичные стандартные рабочие образцы можно использовать для более частых проверок функционирования прибора (см. приложение А.2).

Примечание 10 – Для проверки правильности функционирования прибора используют жидкость с температурой вспышки, заранее определенной при проведении межлабораторных испытаний. В том случае, если результат проверки не попадает в пределы значений с учетом установленной воспроизводимости, оператор проводит калибровку прибора в соответствии с инструкцией изготовителя.

10.5 Если полученное значение температуры вспышки не попадает в пределы, указанные в 10.3 или 10.4, проверяют соответствие состояния и функционирования прибора описанию, приведенному в приложении А.1, особенно той его части, которая касается положения устройства для измерения температуры, применения испытательного пламени и скорости нагревания. После настройки прибора повторяют испытание с использованием свежей контрольной пробы (см. 10.3), уделяя особое внимание деталям проведения испытания, описанным в разделе 11.

11 Проведение испытания

11.1 Ручной прибор

11.1.1 Испытательный тигель заполняют нефтепродуктом так, чтобы верхний мениск испытуемой пробы совпал с меткой уровня, после чего устанавливают тигель в центре нагревательной плитки. Температура испытательного тигля и пробы должна быть не менее чем на 56 °С (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки. Если в тигель добавлено избыточное количество испытуемой пробы, избыток удаляют шприцем или аналогичным устройством для удаления жидкости. При попадании пробы на внешние стенки тигля его опорожняют, очищают и заполняют повторно. Удаляют пузырьки воздуха или пену с поверхности пробы с помощью острого ножа или другого подходящего устройства и обеспечивают необходимый уровень испытуемой пробы. Если на заключительных этапах испытания пена сохраняется, испытание прекращают и результаты данного испытания во внимание не принимают.

11.1.2 Не следует помещать в испытательный тигель твердые продукты. Перед заполнением тигля твердые или вязкие нефтепродукты нагревают до их расплавления; однако температура пробы во время нагревания должна быть не менее чем на 56 °С (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки.

11.1.3 Зажигают испытательное пламя и регулируют его таким образом, чтобы диаметр пламени находился в диапазоне значений от 3,2 до 4,8 мм (от 1/8 до 3/16 дюймов) или был равен размеру шарика-шаблона в случае, если в прибор встроен данный шарик-шаблон (см. приложение А.1). (**Предупреждение.** Давление газа, создаваемое в приборе, не должно превышать значения 3 кПа (12 дюймов вод. ст.) (**Предупреждение.** Следует соблюдать меры предосторожности при использовании газового испытательного пламени. Если оно погаснет, то вспышка паров в испытательном тигле не произойдет и газ для испытательного пламени, поступающий в пространство с парами пробы, может повлиять на результат испытания. (**Предупреждение.** Оператор должен соблюдать меры предосторожности и соответствующие правила техники безопасности во время применения испытательного пламени на начальном этапе испытания, поскольку при испытании проб, содержащих легковоспламеняющиеся продукты с низкой температурой вспышки, в момент первого применения испытательного пламени может произойти чрезмерно сильная вспышка) (**Предупреждение.** Оператор должен также соблюдать меры предосторожности и правила техники безопасности при проведении испытания по методу настоящего стандарта. Температуры, достигаемые во время данного испытания, вплоть до 400 °С (752 °F), являются опасными).

Примечание 11 – Для обнаружения присутствия в пробе летучих продуктов может быть полезным применение испытательного пламени несколько раз на начальном этапе нагревания. При обнаружении летучих продуктов пламя обычно применяют в начале нагревания и далее через каждые 10 °С до достижения стандартной температуры применения испытательного пламени. См. 11.1.5.

11.1.4 На начальном этапе нагревание осуществляют со скоростью, при которой температура, фиксируемая устройством для измерения температуры, увеличивается на 5 – 17 °С (9 – 30 °F) в минуту. Когда температура испытуемой пробы будет приблизительно на 56 °С (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки, скорость нагревания уменьшают так, чтобы во время последних 28 °С (50 °F) перед температурой вспышки скорость увеличения температуры составляла от 5 °С до 6 °С (от 9 до 11 °F) в минуту.

Примечание 12 – При испытании продуктов с низкой температурой вспышки или высокой вязкостью нагревание со скоростью от 5 °С до 6 °С в минуту рекомендуется проводить с начала испытания и до его завершения.

11.1.5 Испытательное пламя применяют, начиная с температуры, которая приблизительно на 28 °С ниже предполагаемой температуры вспышки и далее каждый раз при повышении температуры испытуемого нефтепродукта на 2 °С. Пламя перемещают через центр тигля под прямым углом к диаметру, проходящему через устройство для измерения температуры. Плавным непрерывным движением пламя проводят либо по прямой линии, либо по дуге окружности радиусом не менее 150 мм (6,00 дюймов). Пламя перемещают в горизонтальной плоскости на высоте не более чем на 2 мм (5/64 дюйма) выше плоскости верхнего края тигля и только в одном направлении. Во время следующего применения испытательного пламени, перемещение проводят в направлении, противоположном предыдущему. Время, затрачиваемое на перемещение пламени над испытательным тиглем, в каждом случае должно составлять (1 ± 0,1) с.

Примечание 13 – Некоторые автоматические приборы перемещают испытательное пламя только в одном направлении. В приборах, работающих таким образом, обычно после каждого применения испытательного пламени происходит остановка подачи газа и возврат в исходное положение без создания движения воздуха

вблизи испытательного тигля и над ним. Испытательное пламя зажигается снова таким образом, чтобы горючий газ не попал в пространство с парами пробы над тиглем перед очередным перемещением пламени.
Примечание 14 – При определении температуры вспышки битума перед каждым применением зажигательного устройства рекомендуется аккуратно полностью переместить в сторону, например, с помощью лопаточки любую образовавшуюся на поверхности пленку. Имеющиеся данные показывают, что для проб битумов в том случае, когда образовавшуюся поверхностную пленку не перемещают в сторону, наблюдается более высокая температура вспышки по сравнению с температурой вспышки, наблюдаемой в случае, когда перед применением зажигательного устройства образующуюся поверхностную пленку удаляют.
Примечание 15 – Альтернативный способ удаления образовавшейся поверхностной пленки приведен в приложении X.1.

11.1.6 Во время увеличения температуры на последние 28 °C (50 °F) перед предполагаемой температурой вспышки необходимо соблюдать осторожность для исключения перемещения паров в испытательном тигле в результате резких движений или возникновения потоков воздуха вблизи тигля.

11.1.7 Если во время увеличения температуры на последние 28 °C (50 °F) перед предполагаемой температурой вспышки на поверхности испытуемой пробы сохраняется пена, то испытание прекращают и результаты во внимание не принимают.

11.1.8 Для получения достоверных результатов необходимо тщательно следить за всеми деталями, связанными с испытательным пламенем, его размером, скоростью повышения температуры и скоростью перемещения пламени над испытуемой пробой.

11.1.9 При испытании нефтепродукта, предполагаемая температура вспышки которого неизвестна, пробу доводят в испытательном тигле до температуры, не превышающей 50 °C (122 °F). Если перед внесением в тигель пробу необходимо нагреть, ее нагревают до той температуры, при которой пробу можно внести в тигель. Испытательное пламя применяют в соответствии с 11.1.5, начиная с температуры, которая не менее чем на 5 °C (9 °F) выше стартовой температуры. Нагревание испытуемой пробы продолжают со скоростью 5 – 6 °C (9 – 11 °F) в минуту, как это описано в 11.1.5, до достижения температуры вспышки.

Примечание 16 – Результаты определения, проводимого для продуктов с неизвестной температурой вспышки, следует рассматривать как приблизительные. Значение, полученное в результате данного определения, можно использовать в качестве предполагаемой температуры вспышки для проведения испытания свежей пробы в стандартном режиме.

11.1.10 В качестве наблюдаемой температуры вспышки записывают показание устройства для измерения температуры в момент, когда применение испытательного пламени вызывает отчетливую вспышку внутри тигля.

11.1.10.1 Считают, что проба вспыхнула, если происходит увеличение пламени, которое мгновенно распространяется над всей поверхностью пробы.

11.1.11 Применение испытательного пламени может вызвать появление голубого ореола вокруг пламени или возникновение увеличенного пламени до достижения действительной температуры вспышки. Результат данных наблюдений температурой вспышки не является и во внимание не принимается.

11.1.12 Если вспышка или воспламенение произошли при предварительном или первом применении испытательного пламени (см. 11.1.5), то испытание прекращают, результаты не учитывают и проводят повторное испытание свежей пробы испытуемого нефтепродукта. Первый раз испытательное пламя при проведении испытания свежей пробы должно применяться при температуре не менее чем на 28 °C (50 °F) ниже температуры, наблюдаемой при определении температуры вспышки, как указано выше.

11.1.13 После того как прибор охладится до безопасной для обращения температуры [ниже 60 °C (140 °F)], испытательный тигель снимают, очищают его и прибор в соответствии с рекомендациями изготовителя.

Примечание 17 – При очистке прибора следует проявлять осторожность, чтобы не повредить или не сбить автоматическую систему определения вспышки (в случае использования данной системы) и устройство для измерения температуры. Информация о надлежащем уходе и техническом обслуживании приведена в инструкции изготовителя.

11.1.14 Для определения температуры воспламенения нагревание испытуемой пробы после записи температуры вспышки продолжают таким образом, чтобы температура данной пробы увеличивалась со скоростью от 5 °C до 6 °C (от 9 до 11 °F) в минуту. Продолжают применение испытательного пламени через каждые 2 °C (5 °F) до тех пор, пока не произойдет возгорание пробы с продолжительностью горения не менее 5 с. Записывают температуру испытуемой пробы, при которой приме-

нение испытательного пламени вызвало ее воспламенение. После определения температуры воспламенения испытуемой пробы пламя гасят.

11.1.15 После того как прибор охладится до безопасной для обращения температуры [ниже 60 °С (140 °F)], испытательный тигель снимают, очищают его и прибор в соответствии с рекомендациями изготовителя.

11.2 Автоматический прибор

11.2.1 Автоматический прибор должен обеспечивать проведение испытания в соответствии с 11.1, в том числе контроль времени нагревания, применение испытательного пламени, определение температуры вспышки или температуры воспламенения или той и другой, а также регистрировать температуру вспышки или воспламенения или ту и другую.

11.2.2 Испытательный тигель заполняют нефтепродуктом так, чтобы верхний мениск испытуемой пробы совпал с меткой уровня, после чего устанавливают тигель в центре нагревательной плитки. Температура испытательного тигля и пробы должна быть не менее чем на 56 °С (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки. Если в тигель добавлено избыточное количество испытуемой пробы, избыток удаляют шприцем или аналогичным устройством для удаления жидкости. При попадании пробы на внешние стенки тигля его опорожняют, очищают и заполняют снова. Удаляют пузырьки воздуха или пену с поверхности пробы с помощью острого ножа или другого подходящего устройства и обеспечивают необходимый уровень испытуемой пробы. Если на заключительных этапах испытания пена сохраняется, испытание прекращают и результаты данного испытания во внимание не принимают.

11.2.3 Не следует помещать в испытательный тигель твердые продукты. Перед заполнением тигля твердые или вязкие нефтепродукты нагревают до их расплавления; однако температура пробы во время нагревания должна быть не менее чем на 56 °С (100 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки.

11.2.4 Зажигают испытательное пламя и регулируют его таким образом, чтобы диаметр пламени находился в диапазоне значений от 3,2 до 4,8 мм (от 1/8 до 3/16 дюймов) или был равен размеру шарика-шаблона в случае, если в прибор встроен данный шарик-шаблон (см. приложение А.1). (**Предупреждение.** Давление газа, создаваемое в приборе, не должно превышать значения 3 кПа (12 дюймов вод. ст.) (**Предупреждение.** Следует соблюдать меры предосторожности при использовании газового испытательного пламени. Если оно погаснет, то вспышка паров в испытательном тигле не произойдет и газ для испытательного пламени, поступающий в пространство с парами пробы, может повлиять на результат испытания. (**Предупреждение.** Оператор должен соблюдать меры предосторожности и соответствующие правила техники безопасности во время применения испытательного пламени на начальном этапе испытания, поскольку при испытании проб, содержащих легковоспламеняющиеся продукты с низкой температурой вспышки, в момент первого применения испытательного пламени может произойти чрезмерно сильная вспышка) (**Предупреждение.** Оператор должен также соблюдать меры предосторожности и правила техники безопасности при проведении испытания по методу настоящего стандарта. Температуры, достигаемые во время данного испытания, вплоть до 400 °С (752 °F), являются опасными).

Примечание 18 – Некоторые автоматические приборы позволяют применять испытательное пламя на начальном этапе нагревания пробы.

Примечание 19 – Некоторые автоматические приборы позволяют проводить зажигание испытательного пламени автоматически с заранее установленным размером пламени.

11.2.5 Автоматический прибор запускают в соответствии с инструкцией изготовителя. Прибор должен выполнять все этапы испытания, описанные в 11.1.4 – 11.1.15.

12 Обработка результатов

12.1 Отмечают и записывают атмосферное давление (см. примечание 20). Если данное давление отличается от значения 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), корректируют температуру вспышки или температуру воспламенения или обе температуры следующим образом:

$$\text{Скорректированная температура вспышки} = C + 0{,}25\,(101{,}3 - K); \quad (1)$$

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

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

где С – зафиксированная температура вспышки, °С;
F – зафиксированная температура вспышки, °F;
P – атмосферное давление, мм рт. ст.;
K – атмосферное давление, кПа.

Примечание 20 – Атмосферное давление, используемое в данных расчетах, является внешним давлением при проведении испытания в лаборатории. Многие барометры-анероиды, например используемые на метеостанциях и в аэропортах, изначально откорректированы на снятие показаний относительно уровня моря, и показания данных барометров не являются корректными для настоящего метода испытания.

12.2 Округляют скорректированные значения температуры вспышки или воспламенения или той и другой, полученные в соответствии с 12.1, с точностью до 1 °С (2 °F) и записывают округленные значения.

13 Протокол испытания

13.1 Записывают значение скорректированной температуры вспышки или температуры воспламенения или значения обеих температур как температуру вспышки или температуру воспламенения или обе температуры испытуемого нефтепродукта со ссылкой на настоящий стандарт.

14 Точность и отклонение метода

14.1 Точность

Точность настоящего метода испытания определена в результате статистической обработки межлабораторных результатов испытаний следующим образом.

14.1.1 Сходимость (повторяемость)

Расхождение между двумя 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 промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже:

– температура вспышки – 8 °С (15 °F);
– температура воспламенения – 8 °С (15 °F).

14.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные ниже:

– температура вспышки – 18 °С (32 °F);
– температура воспламенения – 14 °С (25 °F).

14.2 Показатели точности метода определения температуры воспламенения установлены при использовании руководства по определению точности, приведенного в исследовательском отчете RR:D02-1007[5].

Примечание 21 – Температура воспламенения является параметром, который, как правило, не указывают в технических условиях, однако в некоторых случаях знание данной температуры воспламенения может быть желательным.

Примечание 22 – Точность метода для проб битумов, с поверхности которых во время проведения испытания удаляли пленку, не определена.

Примечание 23 – Точность метода для проб битумов, которые подвергались процедуре, приведенной в приложении Х.1, не определена.

14.3 Отклонение

Отклонение настоящего метода испытания не определено, так как температура вспышки и температура воспламенения могут быть определены только в условиях настоящего метода.

[5] Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1007.

14.4 Относительное отклонение

При статистической оценке данных не обнаружено существенного расхождения между воспроизводимостью результатов ручного и автоматического определения температуры вспышки по методу Кливленда для испытуемых проб, за исключением загущенного смазочного масла и белого минерального масла. При оценке данных не получено значительных расхождений между средними значениями температуры вспышки, определенными с помощью ручного и автоматического оборудования по методу Кливленда для испытуемых проб, за исключением загущенного смазочного масла, для которого наблюдались некоторые отклонения. При возникновении разногласий арбитражным считается метод определения температуры вспышки с использованием ручного прибора.

14.5 Показатели точности определения температуры вспышки были установлены в 1991 году при выполнении совместной программы испытаний, предусматривавшей испытание семи проб сырой нефти, битумов и смазочных масел. Пять лабораторий проводили испытания с использованием ручных приборов и восемь лабораторий – с использованием автоматических приборов. Сведения об испытуемых продуктах и средних значениях их температур вспышки приведены в исследовательском отчете, предоставляемом штаб-квартирой ASTM [6].

[6] Подтверждающие материалы хранятся в архиве штаб-квартиры ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:S15-1009.

Приложение А
(обязательное)

А.1 Прибор с открытым тиглем Кливленда

А.1.1 Испытательный тигель

Испытательный тигель должен соответствовать приведенному на рисунке 3 и иметь размеры, указанные на рисунке. Тигель должен быть изготовлен из латуни или другого нержавеющего металла с такой же теплопроводностью. Тигель может иметь ручку.

А.1.2 Нагревательная плитка

Нагревательная плитка должна иметь соответствующие размеры и быть изготовлена из материалов, обеспечивающих нагревание испытательного тигля только снизу и сведение к минимуму нагревания других частей тигля. На рисунке 2 приведен пример нагревательной плитки для ручного прибора, в которой используются горелки Бунзена или открытые электронагревательные элементы.

А.1.3 Зажигательное устройство

Устройство для применения испытательного пламени может быть любого подходящего типа. При применении испытательного пламени рекомендуемый диаметр наконечника устройства составляет (1,6 ± 0,05) мм (1/16 дюйма), диаметр отверстия – приблизительно (0,8 ± 0,05) мм (1/32 дюйма). Устройство для управления работой зажигательного устройства размещают таким образом, чтобы сделать возможным автоматическое перемещение испытательного пламени в двух направлениях по дуге с радиусом не менее 150 мм (6 дюймов). Расположение пламени поддерживают таким образом, чтобы оно перемещалось в плоскости, расположенной над плоскостью тигля на расстоянии, не превышающем 2 мм (5/64 дюйма). Желательно, чтобы шарик-шаблон с диаметром от 3,2 до 4,8 мм (от 1/8 до 3/16 дюймов) был расположен в приборе в позиции, удобной для его сравнения с размером испытательного пламени.

Примечание А.1.1 – Устройство повторного зажигания испытательного пламени, например пусковой факел, иногда используют для автоматического повторного зажигания в том случае, когда во время испытания пламя погасло. Данное устройство должно иметь такую конструкцию, чтобы несгоревший газ не распространялся над тиглем во время повторного зажигания.

А.1.4 Нагреватель

Нагревание может осуществляться с использованием любого подходящего источника. Допускается использование газовой горелки или спиртовки, однако ни при каких обстоятельствах не допускается наличие продуктов горения или открытого пламени вокруг тигля. Предпочтительнее использовать электронагревательный прибор, управляемый автоматически или регулируемый пользователем. Источник тепла должен быть отцентрирован относительно отверстия нагревательной плитки, для того чтобы не происходило локального перегрева. Нагревательные устройства пламенного типа должны быть защищены от движения воздуха или чрезмерного излучения экраном, который не выступает за границы верхнего края нагревательной плитки.

А.1.5 Крепление для термометра

Можно использовать любое подходящее устройство, удерживающее термометр в установленном положении во время испытания и позволяющее его легко извлекать из тигля после завершения испытания.

А.1.6 Подставка для нагревательной плитки

Можно использовать любую подходящую подставку, на которой нагревательная плитка будет удерживаться в горизонтальном устойчивом положении.

А.2 Проверка функционирования аппаратуры

А.2.1 Аттестованный стандартный образец (CRM) – это насыщенный углеводород с чистотой не менее 99 % молярных долей или другой насыщенный нефтепродукт с температурой вспышки, установленной при межлабораторных исследованиях данного метода испытания в соответствии с требованиями исследовательского отчета RR:D02-1007[6] или ИСО Руководства 34 и ИСО Руководства 35.

А.2.1.1 Типовые значения температуры вспышки, скорректированные на атмосферное давление, некоторых стандартных образцов и предельные отклонения этих значений приведены в таблице А.2.1 (см. примечание А.2.2). Партию стандартных образцов поставщики должны сопровождать сертификатом, в котором указана температура вспышки каждого образца партии. Предельные отклонения для других аттестованных стандартных образцов (CRM) можно определить, уменьшив значение воспроизводимости данного метода испытания на результат, полученный в межлабораторных испытаниях, и затем умножив на 0,7 (см. исследовательский отчет RR:S15-1008[7]).

Примечание А.2.1 – Дополнительная информация о межлабораторных исследованиях по определению температур вспышки, приведенных в таблице А.2.1, может быть получена из отчета RR:S15-1010[8].

Примечание А.2.2 – Продукты, их степень чистоты, значения температур вспышки и их предельные отклонения, приведенные в таблице А.2.1, были получены в результате исследований по программе межлабораторных испытаний ASTM с целью определения пригодности использования их в качестве контрольных жидкостей в методах определения температуры вспышки. Другие продукты с известными степенью чистоты, температурой вспышки и ее предельными отклонениями также могут быть пригодными для этих целей, если они изготовлены в соответствии с требованиями исследовательского отчета RR:D02-1007 или ИСО Руководства 34 и ИСО Руководства 35. Перед использованием этих продуктов следует внимательно изучить сертификаты на них, так как значение температуры вспышки в значительной степени зависит от состава каждого CRM партии.

Таблица А.2.1 – Температура вспышки и ее допускаемые предельные отклонения CRM

Углеводород	Чистота, молярная доля, %, не менее	Температура вспышки, °С	Предельные отклонения, °С
n-тетрадекан	99	115,5	± 8,0
n-гексадекан	99	138,8	± 8,0

А.2.2 Вторичный рабочий стандартный образец (SWS) – это насыщенный углеводород, степень чистоты которого не менее 99 молярных долей, или другой насыщенный нефтепродукт, состав которого известен и который можно считать стабильным.

А.2.2.1 Среднее значение температуры вспышки и предельные контрольные отклонения (3σ) для вторичных рабочих стандартных образцов определяют с применением стандартных статистических методов[9].

[7] Подтверждающие материалы хранятся в архиве международной штаб-квартиры ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:S15-1010.

[8] Подтверждающие материалы хранятся в архиве международной штаб-квартиры ASTM и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:S15-1009.

[9] MLN7, Руководство по представлению данных и контрольных карт анализа, 6-е изд., ASTM International, 1990.

Приложение Х
(справочное)

Х.1 Технический прием, используемый для предотвращения образования поверхностной пленки при определении температуры вспышки битумов по методу настоящего стандарта

Х.1.1 Введение

Х.1.1.1 Данный технический прием по предотвращению образования поверхностной пленки при определении температуры вспышки битумов по методу настоящего стандарта был разработан Имраном Хуссами из Frontier E1 Dorado Refining Company.

Х.1.2 Необходимые материалы

Х.1.2.1 Фильтровальная бумага № 417 (или аналогичная) диаметром 7,5 см.

Х.1.2.2 Удерживающее стягивающее кольцо из металлической проволоки толщиной приблизительно 2 мм. Концы проволоки загнуты внутрь на 15 мм и расположенны параллельно на расстоянии 15 мм друг от друга по окружности кольца (см. рисунок Х.1.1). Наружный диаметр кольца составляет 62 – 63 мм, общая длина проволоки – приблизительно 210 мм. Для изготовления стягивающего кольца используют обычную струну с металлическим покрытием или похожий материал.

Х.1.2.3 Перфоратор для пробивки одного отверстия (или аналогичное устройство), способный проделывать отверстие диаметром 6 мм в центре фильтровальной бумаги.

Х.1.3 Процедура

Х.1.3.1 С помощью линейки определяют центр фильтровальной бумаги. Используя перфоратор для пробивки одного отверстия, в центре фильтровальной бумаги диаметром 7,5 см проделывают отверстие диаметром 6 мм.

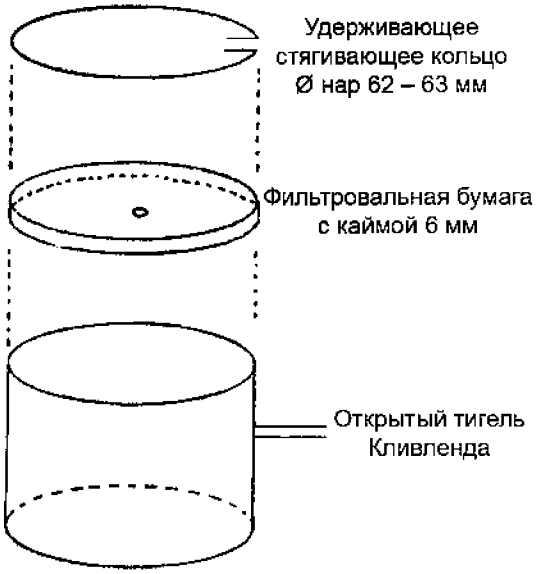
Х.1.3.2 Загибают концы фильтровальной бумаги приблизительно на 6 мм по всей окружности и помещают ее на испытательный тигель, используемый для определения температуры вспышки по методу Кливленда так, чтобы кайма шириной 6 мм охватывала верхнюю часть тигля (см. рисунок Х.1.1).

Х.1.3.3 Надевают удерживающее стягивающее кольцо на загнутую часть фильтровальной бумаги на тигель. (Стягивающее кольцо препятствует перемещению фильтровальной бумаги вверх во время испытания.)

Х.1.3.4 Заполняют тигель пробой на 4 – 5 мм ниже метки уровня (это делается для компенсации количества пробы, поглощаемого фильтровальной бумагой и выделяемого из нее во время проведения испытания). (**Предупреждение**. Заполнение тигля точно до метки уровня может привести к преждевременному определению температуры вспышки.)

Х.1.3.5 Начинают испытание, используя ручной или автоматический прибор (следуя при этом инструкциям изготовителя), и определяют температуру вспышки.

Х.1.3.6 В протокол записывают значение температуры вспышки, скорректированное на атмосферное давление, с точностью до 1 °С.



Примечание – Использование этого альтернативного метода может привести к образованию пузырьков в некоторых пробах, которые могут быть помехой для устройств автоматического определения вспышки, а также обуславливать более медленную скорость нагревания некоторых проб.

Рисунок Х.1.1 – Технический прием для предотвращения образования поверхностной пленки при определении температуры вспышки битумов по методу настоящего стандарта

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 08.08.2006 Подписано в печать 31.08.2006 Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Печать ризографическая Усл. печ.л. 2,33 Уч.-изд. л. 1,18 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
НПРУП "Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации" (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004
БелГИСС, 220113, г. Минск, ул. Мележа, 3

gost.e-ecolog.ru