ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ISO 2592-2010

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

(ISO 2592:2000, IDT)

Издание официальное

БЗ 6-2010



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.71.035.3 (083.74) (476) МКС 75.160.20 КП 03 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, температура вспышки, температура воспламенения, метод Кливленда

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

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 15 июля 2010 г. № 40

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2592:2000 Determination of flash and fire points – Cleveland open cup method (Определение температуры вспышки и воспламенения. Метод Кливленда с использованием прибора с открытым тиглем).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 28 «Нефтепродукты и смазочные материалы» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

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

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

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

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2010

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

Издан на русском языке

Содержание

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 2
8 Отбор проб 3
9 Обращение с пробами 3
10 Метод определения температуры вспышки 4
11 Метод определения температуры воспламенения 5
12 Расчеты 5
13 Представление результатов 5
14 Точность метода 5
15 Протокол испытания 6
Приложение А (обязательное) Прибор с открытым тиглем для испытания по методу Кливленда 7
Приложение В (обязательное) Технические требования к термометрам 10
Приложение С (справочное) Проверка функционирования прибора 11
Библиография 13
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту 14

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 method

Дата введения 2010-11-01

Предупреждение – При проведении испытания по методу настоящего стандарта могут использоваться опасные вещества, операции и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за выявление и установление мер по обеспечению техники безопасности и охраны здоровья, а также определение ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает порядок определения температур вспышки и воспламенения нефтепродуктов с использованием прибора с открытым тиглем по методу Кливленда. Данный метод применим ко всем нефтепродуктам с температурой вспышки в открытом тигле выше 79 °С, за исключением нефтяных топлив, определение температуры вспышки которых обычно проводят, применяя метод испытания с использованием прибора с закрытым тиглем в соответствии с [1].

Примечание – Температура вспышки и температура воспламенения являются показателями, характеризующими способность вещества образовывать смесь с воздухом, воспламеняющуюся в контролируемых условиях и поддерживающую горение. Данные показатели характеризуют только два из многих свойств материала, которые могут учитываться при оценке его воспламеняемости и горючести.

2 Нормативные ссылки

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

ISO 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб

ISO 3171:1988 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

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

3.2 температура воспламенения (fire point): Наименьшая температура испытуемой пробы, скорректированная на атмосферное давление 101,3 кПа, при которой применение испытательного пламени вызывает воспламенение паров испытуемой пробы с продолжительностью горения не менее 5 с при заданных условиях испытания.

Издание официальное

4 Сущность метода

Испытательный тигель наполняют испытуемой пробой до определенного уровня. Вначале испытуемую пробу нагревают быстро, а затем перед достижением температуры вспышки нагрев проводят с низкой постоянной скоростью. Через заданные интервалы, соответствующие увеличению температуры на определенное значение, перемещают испытательное пламя над испытательным тиглем. Температурой вспышки при фактическом атмосферном давлении является наименьшая температура жидкости, при которой применение испытательного пламени вызывает воспламенение паров испытуемой пробы над поверхностью жидкости. Для определения температуры воспламенения испытание продолжают до тех пор, пока применение испытательного пламени не вызовет воспламенения паров испытуемой пробы с продолжительностью горения не менее 5 с. Температуру вспышки и температуру воспламенения, полученные при фактическом атмосферном давлении, корректируют на стандартное атмосферное давление по соответствующей формуле.

5 Реактивы и материалы

5.1 Очищающий растворитель для удаления следов предыдущей пробы из испытательного тигля и с крышки.

Примечание – Выбор растворителя зависит от свойств предыдущей пробы и прочности прилипания остатка. Для удаления следов нефти могут использоваться низколетучие ароматические (не содержащие бензола) растворители, для удаления смолистых остатков эффективными могут быть смеси растворителей, например толуол-ацетон-метанол.

5.2 Проверочные жидкости, приведенные в С.2.

5.3 Тонкая стальная стружка любого типа, обеспечивающая удаление углеродистых отложений без повреждения испытательного тигля.

6 Аппаратура

6.1 Прибор с открытым тиглем для проведения испытания по методу Кливленда, соответствующий требованиям, установленным в приложении А.

Точность результатов определения, полученных при использовании автоматического прибора, должна удовлетворять требованиям настоящего стандарта. Размеры и другие требования к испытательному тиглю и зажигательному устройству, применяемым в автоматическом приборе, должны соответствовать установленным в приложении А. При использовании автоматического прибора пользователь должен соблюдать все инструкции изготовителя по его регулировке и эксплуатации.

В спорных случаях метод определения температуры вспышки вручную является арбитражным.

6.2 Экран шириной приблизительно 460 мм и высотой приблизительно 610 мм, открытый спереди.

6.3 Термометр частичного погружения, соответствующий требованиям, установленным в приложении В.

Примечание – Допускается использовать другие типы средств измерения температуры, если они удовлетворяют требованиям по точности и обладают таким же временем отклика, как и термометры, указанные в приложении В.

6.4 Барометр с точностью отсчета до 0,1 кПа. Применение барометров, например используемых на метеостанциях и в аэропортах, предварительно откорректированных на снятие показаний относительно уровня моря, не допускается.

7 Подготовка аппаратуры

7.1 Установка аппаратуры

Прибор (6.1) устанавливают на плоской горизонтальной и устойчивой поверхности в помещении, где нет заметного движения воздуха (см. примечания 1 и 2, приведенные ниже). Сверху прибор защищают от яркого света любым подходящим способом для обеспечения возможности определения температуры вспышки.

Примечание 1 – Если избежать воздействия воздуха не удается, прибор рекомендуется защитить экраном.

Примечание 2 – При испытании некоторых нефтепродуктов, пары которых являются токсичными, прибор может размещаться в вытяжном шкафу с регулируемым потоком воздуха таким образом, чтобы удаление паров могло происходить без возникновения потоков над испытательным тиглем.

7.2 Очистка испытательного тигля

Испытательный тигель очищают соответствующим растворителем (5.1) для удаления следов смол и отложений, оставшихся после предыдущего испытания. Испытательный тигель высушивают потоком чистого воздуха, обеспечивая полное удаление использованного растворителя. В случае присутствия углеродистых отложений их удаляют с помощью тонкой стальной стружки (5.3).

7.3 Подготовка испытательного тигля

Перед использованием испытательный тигель охлаждают до температуры, которая не менее чем на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

7.4 Сборка аппаратуры

Термометр закрепляют в вертикальном положении таким образом, чтобы нижняя часть его шарика находилась на расстоянии 6 мм от дна испытательного тигля в точке, равноудаленной от центра и от стенки тигля, на диаметре, перпендикулярном дуге (или линии) распространения испытательного пламени, и на стороне, противоположной той, на которой установлено зажигательное устройство.

Примечание – При правильном расположении линия погружения термометра должна находиться на 2 мм ниже края испытательного тигля. Термометр также может быть установлен путем его осторожного опускания до касания дна испытательного тигля и последующего поднятия на 6 мм.

7.5 Проверка прибора

7.5.1 Проверку правильности функционирования прибора проводят не реже одного раза в год путем определения температур вспышки сертифицированных стандартных образцов (CRM) (5.2). Полученные результаты должны отличаться от сертифицированных значений CRM не более чем на $R/\sqrt{2}$, где R – воспроизводимость метода (см. раздел 14).

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

Примечание – Рекомендуемая процедура проверки правильности функционирования прибора с использованием CRM и SWS, а также приготовления вторичных стандартных образцов приведена в приложении С.

7.5.2 Числовые значения, полученные в результате контрольной проверки, не должны использоваться для определения отклонения и корректировки значений температуры вспышки, определяемых с использованием аппаратуры.

8 Отбор проб

8.1 Если не указано иное, пробы отбирают в соответствии с требованиями EN ISO 3170, EN ISO 3171, EN 14275 или их национальных эквивалентов.

8.2 Пробу помещают в плотно укупориваемый сосуд, изготовленный из материала, пригодного для отбираемой пробы, и в целях безопасности убеждаются в том, чтобы сосуд был заполнен на 85 % – 95 % его вместимости.

8.3 Пробы хранят в условиях, обеспечивающих минимальные потери паров и повышение давления. Следует избегать хранения проб при температуре выше 30 °С.

9 Обращение с пробами

9.1 Отбор испытуемой порции пробы

Испытуемую порцию пробы отбирают при температуре, которая не менее чем на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки. Если испытуемая часть отобранной пробы перед проведением испытания будет храниться, то сосуд для пробы должен быть заполнен более чем на 50 % его вместимости (см. 10.1).

9.2 Пробы, содержащие нерастворенную воду

Если проба содержит нерастворенную воду, то перед перемешиванием испытуемой порции пробы воду отделяют декантацией.

Примечание – Наличие воды может повлиять на результат определения температуры вспышки.

9.3 Пробы, находящиеся при температуре окружающей среды в жидком состоянии

Пробы перед отбором испытуемой порции перемешивают, осторожно встряхивая вручную, принимая меры для минимизации потерь летучих компонентов, и переходят к испытанию в соответствии с разделом 10.

9.4 Пробы, находящиеся при температуре окружающей среды в твердом или полутвердом состоянии

Нагревают пробу в сосуде, в котором она находится, помещая его в нагревательную баню или печь, до температуры, которая не менее чем на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки. Следует избегать перегревания пробы, поскольку это может привести к потере летучих компонентов. После осторожного перемешивания переходят к испытанию в соответствии с разделом 10.

10 Метод определения температуры вспышки

10.1 Если объем пробы в контейнере будет составлять менее 50 % его вместимости, это может повлиять на результаты определения температуры вспышки.

10.2 Используя барометр (6.4), отмечают давление окружающей среды вблизи аппаратуры во время испытания.

Примечание – Считается, что корректировку показаний барометра на 0 °С проводить необязательно, однако некоторые барометры данную корректировку осуществляют автоматически.

10.3 Заполняют испытательный тигель при температуре окружающей среды или при повышенной температуре (см. 9.4) так, чтобы верхний мениск испытуемой пробы совпал с отметкой уровня. Если в тигель добавлено избыточное количество испытуемой пробы, избыток удаляют пипеткой или аналогичным устройством. При попадании пробы на наружную поверхность тигля его опорожняют, очищают и заполняют повторно. Удаляют пузырьки воздуха или снимают пену с поверхности пробы, обеспечивая необходимый уровень испытуемой пробы. Если на заключительном этапе испытания пена сохраняется, результаты данного испытания не учитывают.

10.4 Зажигают испытательное пламя и регулируют его таким образом, чтобы диаметр пламени составлял от 3,2 до 4,8 мм или соответствовал размеру шарика-шаблона, если он встроен в прибор.

10.5 Вначале нагревание осуществляют таким образом, чтобы скорость увеличения температуры испытуемой порции пробы составляла от 14 до 17 °С/мин. Когда температура испытуемой порции пробы будет приблизительно на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки, скорость нагревания уменьшают так, чтобы в течение последних (23 ± 5) °С перед достижением температуры вспышки скорость увеличения температуры составляла от 5 до 6 °С/мин.

Во время испытания необходимо соблюдать осторожность для предотвращения перемещения паров в испытательном тигле в результате неосторожных движений или дыхания вблизи испытательного тигля (см. примечание 2 к 7.1).

10.6 Испытательное пламя применяют, начиная с температуры, которая на (23 ± 5) °С ниже предполагаемой температуры вспышки, и далее каждый раз при повышении показания термометра (6.3) на 2 °С. Испытательное пламя перемещают в одном направлении в течение приблизительно 1 с плавным непрерывным движением через центр тигля перпендикулярно диаметру, проходящему через термометр, по прямой линии либо по дуге окружности радиусом не менее 150 мм. Центр испытательного пламени должен перемещаться в горизонтальной плоскости не более чем на 2 мм выше плоскости верхнего края испытательного тигля. Во время следующего применения испытательного пламени перемещают пламя в обратном направлении.

Если на поверхности испытуемой порции пробы образуется пленка, то необходимо аккуратно переместить ее в сторону и продолжить определение.

10.7 За наблюдаемую температуру вспышки принимают температуру испытуемой пробы, регистрируемую термометром, когда применение испытательного пламени вызывает вспыхивание паров испытуемой порции пробы и распространение пламени по поверхности жидкости. Не следует путать истинную вспышку с голубым ореолом, который иногда окружает испытательное пламя.

10.8 Если температура, при которой наблюдается вспышка, отличается менее чем на 18 °С от температуры первого применения испытательного пламени, то результат определения является недостоверным. Испытание повторяют с использованием новой пробы, изменяя температуру первого применения испытательного пламени, до получения достоверного результата определения, при котором температура вспышки на 18 °С выше температуры первого применения испытательного пламени.

11 Метод определения температуры воспламенения

Для определения температуры воспламенения после проведения испытания в соответствии с разделом 10 продолжают нагревание таким образом, чтобы скорость увеличения температуры испытуемой пробы составляла от 5 до 6 °С/мин. Испытательное пламя продолжают применять через каждые 2 °С до тех пор, пока не произойдет возгорания паров испытуемой пробы с продолжительностью горения не менее 5 с. Значение температуры записывают в качестве наблюдаемой температуры воспламенения пробы.

Если горение пламени продолжается более 5 с, его гасят с помощью крышки, изготовленной из металла или другого огнестойкого материала и оснащенной ручкой. Пример такой крышки приведен на рисунке А.2.

12 Расчеты

12.1 Преобразование значений атмосферного давления

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

– значение в гектопаскалях (гПа) × 0,1 = кПа;

– значение в миллибарах (мбар) × 0,1 = кПа;

– значение в миллиметрах ртутного столба (мм рт. ст.) × 0,133 3 = кПа.

12.2 Корректировка измеренного значения температуры вспышки или температуры воспламенения на стандартное атмосферное давление

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

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

где T_o – значение температуры вспышки или температуры воспламенения при фактическом атмосферном давлении, °С;

p – фактическое атмосферное давление, кПа.

Примечание – Данная формула применяется только для диапазона значений атмосферного давления от 98,0 до 104,7 кПа.

13 Представление результатов

Записывают значение скорректированной температуры вспышки или температуры воспламенения в градусах Цельсия с округлением до ближайшего четного числа.

14 Точность метода

14.1 Общие положения

Показатели точности, полученные в результате статистической обработки результатов межлабораторных испытаний с использованием [2], приведены в 14.2 и 14.3.

14.2 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 ниже.

Температура вспышки r = 8 °C.

Температура воспламенения r = 8 °C.

14.3 Воспроизводимость *R*

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

Температура вспышки R = 17 °C.

Температура воспламенения R = 14 °C.

15 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;

c) результат испытания (см. раздел 13);

d) любое отклонение от установленного метода;

e) дату испытания.

Приложение А
(обязательное)

Прибор с открытым тиглем для испытания по методу Кливленда

А.1 Испытательный тигель

Испытательный тигель должен быть изготовлен из латуни или другого нержавеющего металла с такой же теплопроводностью и должен иметь размеры, указанные на рисунке А.1.

Примечание – Испытательный тигель может иметь ручку.

А.2 Нагревательная плита

Нагревательная плита, изготовленная из латуни, чугуна, ковкого железа или стали, с отверстием в центре, имеющая проточку с плоской поверхностью. Металлическая плита, за исключением участка плоского углубления, на которое устанавливается испытательный тигель, должна быть покрыта твердым термостойким материалом (не содержащим асбеста). Размеры нагревательной плиты должны соответствовать указанным на рисунке А.1.

Примечание – Нагревательная плита может иметь квадратную, а не круглую форму, металлическая плита может быть оснащена соответствующими выступами для установки зажигательного устройства и крепления термометра. На плите также может быть установлен шарик-шаблон, указанный в А.3, таким образом, чтобы он проходил через соответствующее небольшое отверстие в термостойком покрытии плиты и немного выступал над ним.

А.3 Зажигательное устройство

Устройство для применения испытательного пламени может быть любого подходящего типа, но рекомендуется, чтобы диаметр кончика устройства составлял 1,6 мм, диаметр его отверстия – 0,8 мм. Устройство для приведения в движение зажигательного устройства размещают таким образом, чтобы обеспечить автоматическое перемещение испытательного пламени в двух направлениях по дуге окружностью радиусом не менее 150 мм, а положение центра отверстия поддерживают таким образом, чтобы пламя перемещалось в плоскости, расположенной над плоскостью тигля на расстоянии, не превышающем 2 мм.

Желательно, чтобы шарик-шаблон диаметром от 3,2 до 4,8 мм был расположен в приборе в позиции, удобной для сравнения размера испытательного пламени с его размерами.

А.4 Нагреватель

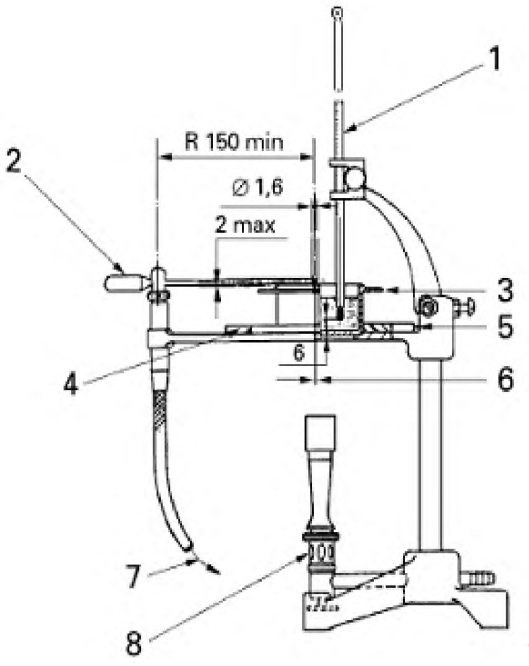
Используют регулируемый электрический нагреватель, газовую горелку или спиртовку, однако ни при каких обстоятельствах не допускается наличие продуктов горения или открытого пламени вокруг испытательного тигля. Источник тепла должен быть отцентрирован относительно отверстия нагревательной плитки для того, чтобы не происходило локального перегрева. Если используется электрический нагреватель, то он не должен контактировать с испытательным тиглем.

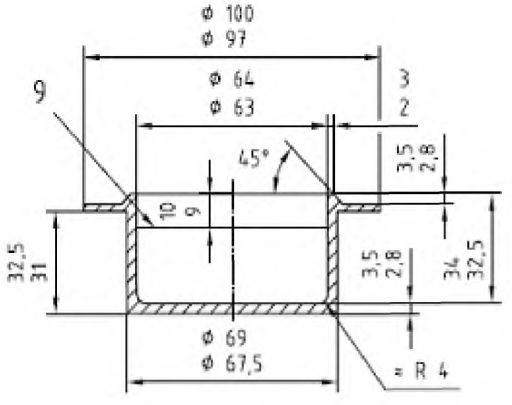
Примечание – Нагревательные устройства пламенного типа должны быть защищены от движения воздуха или чрезмерного излучения экраном, который не должен выступать за верхний край термостойкой перегородки.

А.5 Крепление для термометра

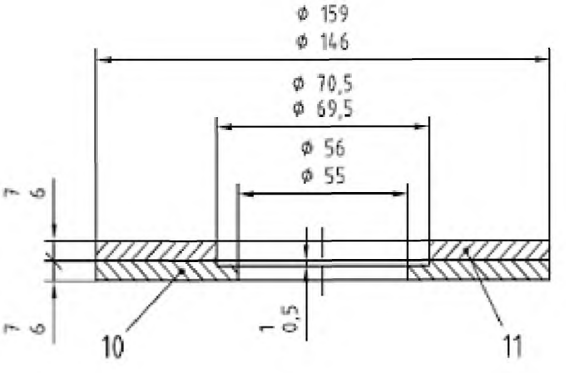
Крепление должно обеспечивать удержание термометра в установленном положении во время испытания и позволять легко извлекать его из испытательного тигля после завершения испытания.

Размеры в миллиметрах





Открытый тигель



Нагревательная плита

1 – термометр;
2 – зажигательное устройство;
3 – испытательный тигель;
4 – металлический шарик-шаблон диаметром от 3,2 до 4,8 мм;
5 – нагревательная плита;
6 – отверстие диаметром 0,8 мм;
7 – к источнику газа;
8 – нагреватель (пламенный или электрический);
9 – отметка уровня;
10 – металлическая плита;
11 – теплостойкий материал

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

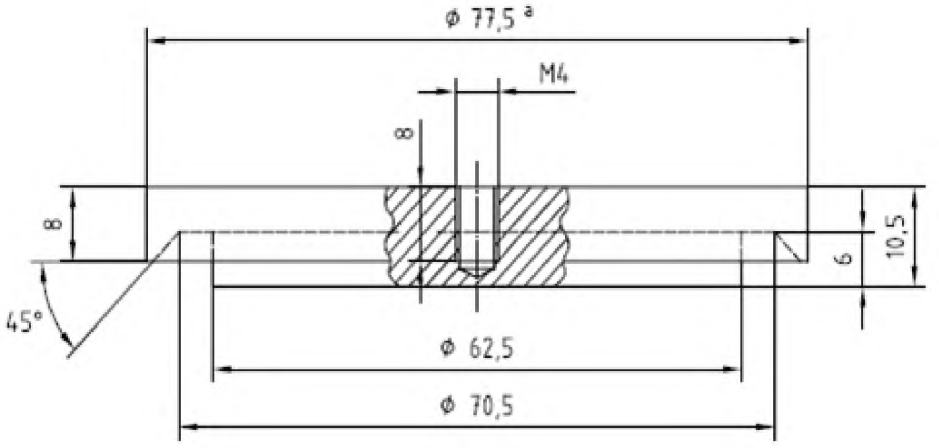
А.6 Подставка для нагревательной плиты

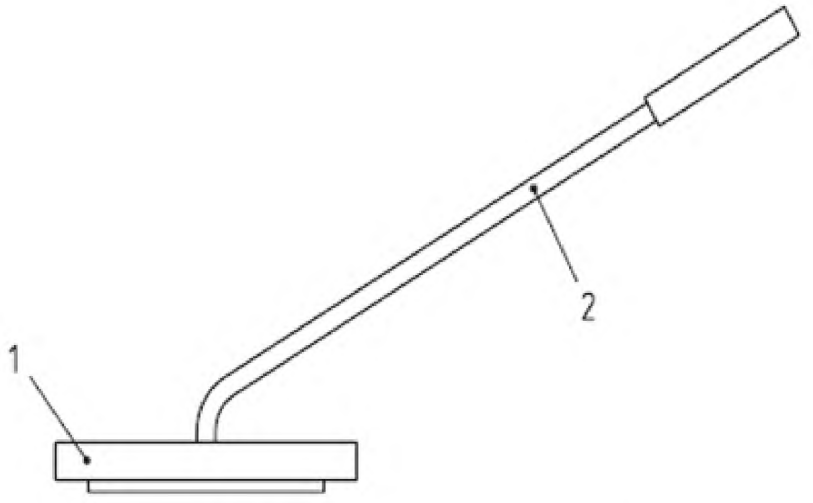
Подставка должна удерживать нагревательную плиту в горизонтальном устойчивом положении.

А.7 Гаситель пламени (дополнительное устройство)

Пример соответствующего устройства приведен на рисунке А.2.

Размеры в миллиметрах





1 – крышка, изготовленная из металла или другого огнестойкого материала;
2 – ручка

[a] Стандартный размер.

Рисунок А.2 – Пример гасителя пламени

Приложение В
(обязательное)

Технические требования к термометрам

Таблица В.1 – Технические требования к термометрам

Параметр	Характеристика
Температурный диапазон, °С	От 6 до 400
Погружение, мм	25
Отметки шкалы, °С: – малые деления – длинные штрихи через каждые – числовые отметки через каждые	 2 10 20
Погрешность шкалы, °С, не более	От 2 до 260 (включительно) 4 – свыше 260
Расширительная камера допускается нагрев до, °С	400
Общая длина, мм	(310 ± 5)
Наружный диаметр капиллярной трубки OD, мм	(7,0 ± 1,0)
Длина резервуара, мм	(5,25 ± 0,75)
Расположение шкалы: – от дна резервуара до отметки шкалы, °С – расстояние, мм – длина шкалы измерения, мм	 0 (50 ± 5) (225 ± 15)
Примечание – Термометр IP 28C/ASTM 11C отвечает вышеуказанным требованиям.	

Приложение С
(справочное)

Проверка функционирования прибора

С.1 Общие положения

В настоящем приложении описана процедура приготовления вторичных рабочих стандартных образцов (SWS) и проведения проверки прибора с использованием SWS и сертифицированных стандартных образцов (CRM).

Функционирование приборов следует регулярно проверять с использованием CRM, приготовленных в соответствии с [4] и [5], 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 [3] и [2].

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 стабильного углеводорода или другого стабильного вещества с температурой вспышки, определенной в соответствии с [4] и [5], с использованием метода межлабораторного исследования для получения метода 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 как минимум трех испытаний представительной пробы с использованием прибора, предварительно проверенного с помощью CRM, статистического анализа результатов испытания и расчета после исключения выпадающих значений среднеарифметического значения результатов определения; или

b) выполнения программы межлабораторных испытаний с участием как минимум 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 температуры 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 значений температуры вспышки, рекомендуется использовать два CRM или SWS. Также рекомендуется проводить повторные испытания аликвот проб CRM и SWS.

Таблица С.1 – Приблизительные значения температуры вспышки углеводородов, определяемой с использованием прибора с открытым тиглем по методу Кливленда

Углеводород	Номинальное значение температуры вспышки, °С
Тетрадекан	116
Гексадекан	139

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 проводят контрольную проверку с использованием SWS (С.2.2), осуществляя испытание в соответствии с разделом 10.

С.3.4 Результат испытания корректируют на стандартное атмосферное давление в соответствии с разделом 12. Скорректированный результат испытания записывают в протокол с точностью до 0,1 °С.

С.4 Оценка результатов испытания

С.4.1 Общие положения

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 [2], сертифицированное значение CRM или установленное значение SWS получено в результате выполнения процедуры, установленной в [5], 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 повторных испытаний, проводимых на CRM или SWS, равно n, расхождение между среднеарифметическим значением результатов определения и сертифицированным значением CRM или установленным значением SWS должно находиться в пределах следующего допускаемого отклонения:

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

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

μ – сертифицированное значение CRM или установленное значение SWS;

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

где R – воспроизводимость метода испытания;

r – повторяемость метода испытания;

n – число повторных 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 находится за пределами допускаемых отклонений и для контрольной проверки использовался SWS, испытание повторяют с использованием CRM. Если результат испытания с использованием CRM находится в пределах допускаемых отклонений, отмечают данный факт в протоколе, а SWS забраковывают (выбрасывают).

С.4.4 Если результат испытания по-прежнему находится за пределами 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 находится за пределами допускаемых отклонений, прибор направляют для проверки изготовителю.

Библиография

[1] ISO 2719:1988 — Determination of flash point – Pensky – Martens closed cup method
(Определение температуры вспышки. Метод с применением прибора Мартенс-Пенского с закрытым тиглем)

[2] ISO 4259:1992 — Petroleum products – Determination and application of precision data in relation to methods of test
(Нефтепродукты. Определение и применение показателей точности методов испытаний)

[3] ISO Guide 33:2000 — Uses of certified reference materials
(Использование сертифицированных эталонных материалов)

[4] ISO Guide 34:2000 — General requirements for the competence of reference material producers
(Общие требования к компетентности изготовителей стандартных образцов)

[5] ISO Guide 35:1989 — Certification of reference materials – General and statistical principles
(Сертификация эталонных материалов. Общие и статистические подходы)

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному международному стандарту

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	IDT	СТБ ИСО 3170-2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 03.08.2010. Подписано в печать 23.09.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,09 Уч.- изд. л. 0,89 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru