Группа Б09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле

ГОСТ 6356—75

Petroleum products.
Method of test for flash point boy closed cup

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры вспышки в закрытом тигле.

Сущность метода заключается в определении самой низкой температуры горючего вещества, при которой в условиях испытания над его поверхностью образуется смесь паров и газов с воздухом, способная вспыхивать в воздухе от источника зажигания, но скорость их образования еще недостаточна для последующего горения. Для этого испытуемый продукт нагревают в закрытом тигле с постоянной скоростью при непрерывном перемешивании и испытывают на вспышку через определенные интервалы температур.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При определении температуры вспышки в закрытом тигле применяют:

аппарат для определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле типа ТВЗ (ТВ-1), а также автоматический прибор типа АТВЗ (АТВ-1), обеспечивающие точность метода.

Допускалось до 01.01.97 применять приборы типов ПВНЭ и ПВНО. При наличии разногласий в оценке качества нефтепродуктов применяют аппараты типа ТВЗ (ТВ-1);

термометры типов ТИНI—1, ТИНI—2, ТНI—1, ТНI—2, ТН6 по ГОСТ 400. Термометр ТН-6 применяют при испытании продуктов с температурой вспышки ниже 12 °С;

растворители: нефрасы С2—80/120, С3—80/120 по НТД, С—50/170 по ГОСТ 8505 или бензин прямой перегонки, не содержащий присадок, или углеводороды галоидопроизводные;

секундомер;

барометр или барометр-анероид по технической документации, утвержденной в установленном порядке;

экран, окрашенный с внутренней стороны черной краской, каждая секция которого имеет ширину около 46 см и высоту 61 см;

кальций хлористый гранулированный или натрий хлористый по ГОСТ 4233, или натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;

смесь охладительная или камера холодильная.

Допускается применять импортную посуду, аппаратуру и реактивы соответственно класса точности и квалификации не ниже предусмотренных стандартом.

Примечание. Индекс «З» указывает на назначение прибора или аппарата (для определения температуры вспышки в закрытом тигле).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Подготовка образца

2.1.1. Испытуемый образец продукта перед испытанием перемешивают в течение 5 мин встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на 2/3 ее вместимости.

Образцы продуктов, имеющих температуру вспышки ниже 50 °С, охлаждают до температуры, которая не менее чем на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

2.1.2. Образцы очень вязких и твердых продуктов перед испытанием нагревают до достаточной текучести, но не выше температуры, которая на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

2.1.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.1.4. Образцы нефтепродуктов, содержащие воду в количестве более 0,05 %, обезвоживают обработкой их свежепрокаленными и охлажденными хлористым натрием, хлористым кальцием или сернокислым натрием, или фильтрованием через фильтровальную бумагу, после этого на испытание берут верхний слой.

При необходимости (в случае содержания в образце воды) допускается непродолжительный нагрев образца, но не выше температуры, которая на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.5. Если предполагается, что образец нефтепродукта содержит летучие примеси, то обработки, описанные в пп. 2.1.2 и 2.1.4, исключают и на испытание берут верхний слой.

2.2. Подготовка прибора

2.2.1. Прибор устанавливают на ровном устойчивом столе в таком месте, где нет заметного движения воздуха и свет настолько затемнен, что вспышка хорошо видна. Для защиты от движения воздуха прибор с трех сторон окружают экраном. Допускается при применении нескольких приборов соответственно увеличить ширину экрана.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. Тигель и крышку прибора промывают растворителем, высушивают, удаляя все следы растворителя, и охлаждают до температуры не менее чем на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

2.2.3. При испытании продуктов с температурой вспышки до 50 °С нагревательную ванну охлаждают до температуры окружающей среды. Тигель должен иметь температуру образца, подготовленного по п. 2.1.1.

2.2.4. Испытуемый продукт наливают в тигель до метки, не допуская смачивания стенок тигля выше указанной метки.

2.2.5. Тигель закрывают крышкой, устанавливают в нагревательную ванну, вставляют термометр и зажигают зажигательную лампочку, регулируя пламя так, чтобы форма его была близкой к шару диаметром 3—4 мм.

2.2.6. При испытании токсичного продукта или продукта, который выделяет токсичные вещества при разложении и горении, испытание проводят при соблюдении правил по технике безопасности, принятых для работ с токсичными веществами. В этом случае прибор устанавливают в вытяжном шкафу или применяют соответствующий противогаз и дегазационные средства.

2.3. Для контроля правильности результатов определения, а также проверки аппаратов типов ТВЗ (ТВ-1), полуавтоматических приборов типа АТВЗ (АТВ-1) допускается использовать стандартные образцы температуры вспышки в закрытом тигле ГСО 4088—87 . . . 4092—87 или других образцов аналогичного назначения. Порядок применения ГСО изложен в свидетельстве.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Нагревательную ванну включают и нагревают испытуемый продукт в тигле.

3.2. Перемешивание ведут, обеспечивая частоту вращения мешалки от 1,5 до 2,0 $с^{-1}$, а нагрев продукта — со скоростью от 5 °С до 6 °С в 1 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2а. Измеряют барометрическое давление.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3. Испытания на вспышку проводят при достижении температуры на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

Испытание на вспышку проводят при повышении температуры на каждый 1 °С для продуктов с температурой вспышки до 104 °С и на каждые 2 °С для продуктов с температурой вспышки выше 104 °С.

В момент испытания на вспышку перемешивание прекращают, приводят в действие расположенный на крышке механизм, который открывает заслонку и опускает пламя. При этом пламя опускают в паровое пространство за 0,5 с, оставляют в самом нижнем положении 1 с и поднимают в верхнее положение.

3.4. За температуру вспышки каждого определения принимают показания термометра в момент четкого появления первого (синего) пламени над поверхностью продукта внутри прибора. Не следует принимать за температуру вспышки окрашенный (голубоватый) ореол, который иногда окружает пламя перед тем, как оно вызывает фактическую вспышку.

При появлении неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой при повышении температуры на 1 °С или 2 °С. Если при этом вспышки не произойдет, испытание повторяют вновь.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.5. При применении газовой зажигательной лампочки последняя в процессе испытания должна находиться в зажженном состоянии для исключения возможности проникновения газа в тигель.

Если в процессе какого-либо испытания на вспышку зажигательная лампочка погаснет в момент открытия отверстий крышки, то результат этого определения не учитывают.

3.6. Если испытанию подвергают продукт с неизвестной температурой вспышки, то проводят предварительно определение по пп. 3.1—3.5. Этот результат не учитывают, если расхождения между этим определением и последующим превышают норму, указанную в пп. 4.2—4.4.

3.5, 3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Поправка на барометрическое давление

Вычисляют температуру вспышки с поправкой на стандартное барометрическое давление 101,325 кПа, 1,013 бар, 760 мм рт. ст. алгебраическим сложением найденной температуры и поправки, определенной по формуле (1) или (2), или (3).

$$\Delta t = \frac{101{,}325 - P}{3{,}3} \cdot 0{,}9. \tag{1}$$

$$\Delta t = \frac{1{,}013 - P}{0{,}033} \cdot 0{,}9. \tag{2}$$

$$\Delta t = 0{,}0362\ (760 - P), \tag{3}$$

где P — фактическое барометрическое давление в (1) — кПа, (2) — барах, (3) — мм рт. ст.

Допускается пользоваться поправками, вычисленными с погрешностью не более 1 °С по формуле (3), приведенными в табл. 1.

Таблица 1

Барометрическое давление			Поправки, °С
кПа	бары	мм рт. ст.	
84,8—88,4	0,848—0,884	636—663	Плюс 4
88,5—92,1	0,885—0,921	664—691	Плюс 3
92,2—95,7	0,922—0,957	692—718	Плюс 2
95,8—99,4	0,958—0,994	719—746	Плюс 1
103,2—106,8	1,032—1,068	774—801	Минус 1

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. За результат испытания принимают среднеарифметическое не менее двух последовательных определений. Полученное значение температуры вспышки (°С) округляют до целого числа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Точность метода

4.3.1. **Сходимость**

Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 2.

4.3.2. **Воспроизводимость**

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

°С

Температура вспышки	Сходимость	Воспроизводимость
До 104	2	4
Св. 104	5	8

4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.4. При проведении испытаний на приборах типов ПВНЭ и ПВНО допускаемые расхождения между последовательными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Температура вспышки, °С	Допускаемое расхождение, °С
Нефтепродукты	
До 104	2
Св. 104	6
Химические органические продукты	
До 50	2
Св. 50	3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 03.09.75 № 2321**

3. **В стандарт введен международный стандарт ИСО 2719—73**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 6356—52**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 400—80	1.1
ГОСТ 4166—76	1.1
ГОСТ 4233—77	1.1
ГОСТ 8505—80	1.1
ГОСТ 12026—76	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

7. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1981 г., августе 1986 г., ноябре 1989 г. (ИУС 7—81, 11—86, 2—90)**

gost.e-ecolog.ru