

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
ФГУП ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ КЛАССИФИКАЦИИ, ТЕРМИНОЛОГИИ И
ИНФОРМАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И КАЧЕСТВУ
(ВНИИКИ)

Рег. № 1133

Группа МКС 75.080

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ. МЕТОД С
ПРИМЕНЕНИЕМ ПРИБОРА МАРТЕНС-ПЕНСКИ С ЗАКРЫТЫМ
ТИГЛЕМ

DETERMINATION OF FLASH POINT. PENSKY-MARTENS
CLOSED CUP METHOD

Страна, № стандарта

ISO 2719:2002

Перевод аутентичен оригиналу

Переводчик: Ткаченко А.С.

Редактор: Лебедева Е.В.

Кол-во стр.: 36

Кол-во рис.: 6

Кол-во табл.: 6

Перевод выполнен: 28.06.2004

Редактирование выполнено: 30.06.2004

Москва
2004 г.

**МЕЖДУНАРОДНЫЙ
СТАНДАРТ**

**ISO
2719**

Третье издание
2002-11-15

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ
ВСПЫШКИ. МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ
ПРИБОРА МАРТЕНС-ПЕНСКОГО С
ЗАКРЫТЫМ ТИГЛЕМ**

**DETERMINATION OF FLASH POINT. PENSKY-
MARTENS CLOSED CUP METHOD**

ЗАРЕГИСТРИРОВАНО

**ВНИИКИ ГОССТАНДАРТА
РОССИИ**

Номер регистрации: **1133/ISO**

Дата регистрации: **30.06.2004**



Номер ссылки
ISO 2719:2002

Содержание

	Стр.
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Термины и определения	3
4 Принцип	3
5 Реактивы и материалы	4
6 Аппаратура	4
7 Подготовка прибора.....	5
7.1 Расположение прибора.....	5
7.2 Очистка испытательного тигля.....	5
7.3 Сборка прибора.....	6
7.4 Верификация прибора.....	6
8 Отбор проб	6
9 Обращение с пробами	7
9.1 Нефтепродукты.....	7
9.1.1 Подвыборка.....	7
9.1.2 Пробы, содержащие нерастворенную воду.....	7
9.1.3 Пробы, представляющие собой жидкости при температуре окружающей среды	7
9.1.4 Пробы, представляющие собой полутвердые или твердые вещества при температуре окружающей среды	7
9.2 Краски и лаки.....	8
10 Методика	8
10.1 Общие положения	8
10.2 Методика А	8
10.3 Методика В	10
11 Расчет.....	11
11.1 Перевод показаний барометрического давления	11

11.2	Поправка на нормальное атмосферное давление для наблюдаемой температуры вспышки	11
12	Выражение результатов.....	11
13	Сходимость.....	11
13.1	Общие положения	11
13.2	Повторяемость, r	12
13.3	Воспроизводимость, R	12
14	Протокол испытаний... ..	13
Приложения		
A	Верификация прибора.....	15
B	Прибор Мартенс-Пенского с закрытым тиглем.....	19
C	Технические требования к термометрам.....	25
D	Переходная муфта для термометра с низкотемпературным интервалом.....	26
	Библиография.....	29

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются по правилам, указанным в Директивах ISO/IEC, Часть 3.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75% членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы данного международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав.

Международный стандарт ISO 2719 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 28 «*Нефтепродукты и смазки*».

Данное третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 2719:1988), которое было подвергнуто техническому пересмотру.

Приложения В и С являются нормативной частью данного международного стандарта. Приложения А и D являются только информативными.

Введение

Значения температуры вспышки могут использоваться в документах на погрузку, хранение, обработку и безопасность в качестве классификационного признака для определения «воспламеняющихся» и «горючих» материалов. Точное определение классов приводится в каждом конкретном документе.

Значение температуры вспышки может указывать на присутствие высоколетучего(их) материала(ов) в относительно нелетучем или невоспламеняющемся материале, а определение температуры вспышки может служить предварительным этапом для других исследований состава неизвестных материалов.

Не следует проводить определения температуры вспышки на потенциально неустойчивых, склонных к разложению или взрывчатых материалах, если предварительно не было установлено, что нагревание заданного количества таких материалов, находящихся в контакте с металлическими компонентами прибора для определения температуры вспышки, в пределах требуемого диапазона температур не будет вызывать разложения, взрыва или других неблагоприятных воздействий.

Интерпретацию полученных результатов по определению температуры вспышки материала, содержащего галоидзамещенные углеводороды, следует рассматривать с осторожностью, так как эти смеси могут давать аномальные результаты.

Определение температуры вспышки. Метод с применением прибора Мартенс-Пенского с закрытым тиглем

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ. Применение настоящего международного стандарта может включать опасные материалы, операции и оборудование. Целью этого международного стандарта не является рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственностью пользователя этого международного стандарта является установление соответствующих методов безопасности и охраны здоровья и определение применимости регулирующих ограничений до его применения.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает две методики А и В, использующие закрытый прибор Мартенс-Пенского, для определения температуры вспышки горючих жидкостей, жидкостей со взвешенными твердыми частицами, жидкостей, склонных к образованию поверхностной пленки в условиях испытания и других жидкостей. Он применим к жидкостям с температурой вспышки выше 40°C.

ПРИМЕЧАНИЕ 1. Хотя с технической точки зрения керосины с температурой вспышки выше 40°C могут испытываться с помощью метода, установленного в настоящем международном стандарте, существует стандартная методика испытания керосинов в соответствии с международным стандартом ISO 13736^[8]. Аналогично неотработавшие смазочные масла обычно испытываются в соответствии с международным стандартом ISO 2592^[5].

Методика А используется для определения температуры вспышки красок и лаков, не образующих поверхностной пленки, неотработавших смазочных масел и других нефтепродуктов, на которые не распространяется методика В.

Методика В используется для определения температуры вспышки остаточного котельного топлива, битумов, растворенных в нефтяном дистилляте, отработавших смазочных масел, жидкостей, склонных к образованию

поверхностной пленки, жидкостей со взвешенными твердыми частицами и высоковязких материалов, таких как полимерные растворы и адгезивы.

ПРИМЕЧАНИЕ 2. Для сравнения температур вспышки отработавших и неотработавших смазочных масел, таких, которые имеются в системе мониторинга смазки, отработавшие смазочные масла могут испытываться согласно методике А. Однако данные по сходимости для этих материалов действительны только при испытании по методике В.

Данный международный стандарт не применим к водоразбавляемым краскам или жидкостям, загрязненным следами высоколетучих материалов.

ПРИМЕЧАНИЕ 3. Водоразбавляемые краски могут испытываться согласно международному стандарту ISO 3679^[6]. Жидкости, загрязненные следами высоколетучих материалов, могут испытываться согласно международным стандартам ISO 1523^[4] или ISO 3679.

ПРИМЕЧАНИЕ 4. Данные по сходимости действительны только для интервалов температур вспышки, приведенных в разд.13.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы содержат положения, которые посредством ссылок в данном тексте составляют положения данного международного стандарта. Для жестких ссылок не применимы последующие поправки к любой из данных публикаций или их пересмотры. Однако сторонам-участницам соглашений на основе данного международного стандарта рекомендуется выяснить возможность применения самого последнего издания нормативных ссылочных документов, указанных ниже. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа. Члены ISO и IEC ведут реестры действующих международных стандартов.

ISO 1513:1992 *Краски и лаки. Контроль и подготовка образцов для испытаний*

ISO 3170:-¹⁾ *Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб*

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

ISO 15528:2000 *Краски, лаки и сырье для них. Отбор проб*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему международному стандарту используется следующий термин и определение.

3.1

температура вспышки

самая низкая температура пробы для анализа с поправкой на барометрическое давление 101,3 кПа, при которой подвод источника зажигания вызывает воспламенение паров пробы для анализа и распространение пламени по поверхности жидкости в заданных условиях испытания.

4 Принцип

Помещают пробу для анализа в испытательный тигель прибора Мартенс-Пенского и нагревают с постоянной скоростью при непрерывном перемешивании. Подносят к отверстию в крышке испытательного тигля источник зажигания через строго соблюдаемые температурные интервалы и одновременно с этим прекращают перемешивание. За температуру вспышки при барометрическом давлении окружающей среды принимают самую низкую температуру, при которой подвод источника зажигания вызывает воспламенение паров пробы для анализа и распространение пламени по поверхности жидкости. Эту температуру вспышки приводят к нормальному атмосферному давлению по соответствующему уравнению.

¹⁾ Будет опубликован. (Пересмотр ISO 3170:1988)

5 Реактивы и материалы

5.1 Растворитель для очистки, для удаления следов пробы из испытательного тигля и крышки.

ПРИМЕЧАНИЕ. Выбор растворителя зависит от предыдущего испытываемого материала и вязкости остатка. Ароматические растворители низкой летучести (свободные от бензола) могут использоваться для удаления следов нефтепродуктов, а смешанные растворители, такие как смесь толуола, ацетона и метанола, могут быть эффективными для удаления смолистых отложений.

5.2 Жидкости для верификации, как описано в приложении А.

6 Аппаратура

6.1 Прибор для определения температуры вспышки, прибор Мартенс-Пенского с закрытым тиглем, как определено в приложении В.

При использовании автоматического прибора гарантируется, что полученные результаты находятся в пределах сходимости этого международного стандарта, а требования к размерным и механическим характеристикам испытательного тигля с крышкой соответствуют требованиям, заданным в приложении В. При использовании автоматического прибора пользователь должен быть уверен в том, что соблюдаются все инструкции изготовителя по регулировке и эксплуатации прибора.

ПРИМЕЧАНИЕ. При данных обстоятельствах использование электрических источников зажигания может приводить к результатам, отличным от результатов, полученных при использовании источников пламенного запала. Кроме того, источники электрического зажигания могут давать переменные результаты.

В спорных случаях, если подробно не согласовано иначе, определение температуры вспышки вручную с применением источника пламенного запала должно рассматриваться в качестве арбитражного испытания.

6.2 Термометры, низко-, средне- и высокотемпературного интервала, соответствующие требованиям, приведенным в приложении С. Первоначальный выбор термометра должен основываться на ожидаемой температуре вспышки.

ПРИМЕЧАНИЕ. Могут использоваться и другие типы приборов для измерения температуры при условии, что они соответствуют требованиям к точности и имеют такие же характеристики, как и термометры, указанные в приложении С.

6.3 Барометр, точностью 0,1 кПа. Не должны использоваться барометры, показания которых были предварительно приведены к показаниям на уровне моря, такие как барометры, применяемые на метеорологических станциях и в аэропортах.

6.4 Нагревательная баня или сушильный шкаф, для подогрева пробы, если необходимо, с контролируемой температурой в пределах $\pm 5^{\circ}\text{C}$. Шкаф должен быть вентилируемым и иметь конструкцию, не вызывающую возгорания любых воспламеняющихся паров, которые могут выделяться при нагревании.

Рекомендуется, чтобы сушильный шкаф имел взрывобезопасную конструкцию.

7 Подготовка прибора

7.1 Расположение прибора

Устанавливают прибор (6.1) на ровной и устойчивой поверхности в помещении без сквозняка (см. ниже примечания).

ПРИМЕЧАНИЕ 1. При отсутствии возможности предотвратить сквозняк следует защитить прибор экраном.

ПРИМЕЧАНИЕ 2. При испытании проб, образующих токсичные пары, прибор может быть размещен в вытяжном шкафу с контролем расхода воздуха, который отрегулирован таким образом, чтобы пары могли отводиться, не вызывая потоков воздуха над испытательным тиглем.

7.2 Очистка испытательного тигля

Промывают испытательный тигель, крышку и вспомогательные принадлежности соответствующим растворителем (5.1) для удаления следов

смолистых веществ или остатка от предыдущего испытания. Сушат струей чистого воздуха, чтобы гарантировать полное удаление используемого растворителя.

7.3 Сборка прибора

Проверяют испытательный тигель, крышку и другие детали, чтобы удостовериться, что отсутствуют признаки наличия повреждений и отложений. Собирают прибор в соответствии с требованиями приложения В.

7.4 Верификация прибора

7.4.1 Верифицируют правильное функционирование прибора, по меньшей мере, один раз в год, проводя испытание с использованием сертифицированного эталонного материала (CRM) (5.2), используя методику А. Полученный результат должен быть равен или менее $R/\sqrt{2}$ сертифицированного значения CRM, где R - воспроизводимость метода (см. табл. 3).

Рекомендуется проводить более частые верификационные проверки с использованием вторичных рабочих эталонов (SWS) (5.2).

Рекомендуемая методика верификации прибора с использованием CRM и SWS и получения SWS приведена в приложении А.

7.4.2 Численные значения, полученные при верификационной проверке, не должны использоваться ни для того, чтобы сделать заявление о систематической погрешности, и ни для того, чтобы внести любую поправку на температуры вспышки, определенные впоследствии с использованием прибора.

8 Отбор проб

8.1 Если не оговорено иначе, получают пробы для анализа в соответствии с методиками, приведенными в международных стандартах ISO 15528, ISO 3170 и ISO 3171 или эквивалентном национальном стандарте.

8.2 Помещают пробы в герметичные контейнеры, соответствующие отбираемому материалу. В целях безопасности удостоверяются, что контейнер с пробой заполнен только на 85-95% его вместимости.

8.3 Хранят пробы в таких условиях, которые сводят к минимуму потерю паров и повышение давления. Избегают хранения проб при температуре выше 30°C.

9 Обращение с пробами

9.1 Нефтепродукты

9.1.1 Подвыборка

Делают подвыборку при температуре, по меньшей мере, на 28°C ниже ожидаемой температуры вспышки. Если аликвота исходной пробы должна храниться до проведения испытания, удостоверяются в том, что контейнер заполнен не более чем на 50% его вместимости (см. примечание к 10.1).

9.1.2 Пробы, содержащие нерастворенную воду

Если проба содержит нерастворенную воду, декантируют аликвоту от воды до проведения перемешивания.

На результаты определения температуры вспышки может повлиять присутствие воды. Для некоторых видов жидкого топлива и смазок не всегда возможно декантировать пробу от слойной воды. В таких случаях следует отделять воду от аликвоты физическим способом до перемешивания или, если это невозможно, материал следует испытывать в соответствии с международным стандартом ISO 3679^[6].

9.1.3 Пробы, представляющие собой жидкости при температуре окружающей среды

Перемешивают пробы, осторожно встряхивая рукой, до отбора пробы для анализа, принимая меры предосторожности к тому, чтобы свести к минимуму потери летучих компонентов, и продолжают в соответствии с разделом 10.

9.1.4 Пробы, представляющие собой полутвердые или твердые вещества при температуре окружающей среды

Нагревают пробу в контейнере на нагревательной бане или в сушильном шкафу (6.4) при температуре $30 \pm 5^\circ\text{C}$ или при температуре, которая на 28°C ниже

ожидаемой температуры вспышки, в зависимости от того, какое значение больше, в течение 30 мин. Если через 30 мин проба все еще не полностью разжижена, продолжают предварительный нагрев еще в течение дополнительных периодов времени по 30 мин, как требуется. Избегают перегрева пробы, так как это может привести к потере летучих компонентов. После осторожного перемешивания продолжают в соответствии с разделом 10.

9.2 Краски и лаки

Готовят пробы в соответствии с требованиями международного стандарта ISO 1513.

10 Методика

10.1 Общие положения

ПРИМЕЧАНИЕ. Результаты определения температуры вспышки могут изменяться, если объем пробы составляет менее 50% вместимости контейнера.

Следует соблюдать осторожность при испытании проб остаточного котельного топлива, которое содержит значительное количество воды, так как нагревание таких проб может вызывать их вспенивание и выброс из испытательного тигля.

10.2 Методика А

10.2.1 Регистрируют барометрическое давление окружающей среды по барометру (6.3), который расположен рядом с прибором во время проведения испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ. Нет необходимости вносить поправку на показание барометрического давления для 0°C, хотя конструкция некоторых барометров позволяет автоматически делать эту поправку.

10.2.2 Заполняют испытательный тигель (см. 7.3) пробой для анализа до уровня, указанного соответствующей меткой. Закрывают испытательный тигель крышкой и помещают в камеру подогрева. Проверяют правильность срабатывания фиксирующего или запирающего механизма и вставляют термометр (6.2). Зажигают

испытательное пламя и регулируют таким образом, чтобы его диаметр составлял от 3 до 4 мм, или включают альтернативный источник зажигания. Зажигают пламя нагревателя или включают электрический нагреватель, подводят тепло таким образом, чтобы скорость повышения температуры пробы для анализа (согласно показаниям термометра) составляла 5-6 °С/мин, и поддерживают такую скорость нагрева на протяжении всего испытания. Перемешивают пробу для анализа в направлении сверху вниз со скоростью 90-120 об/мин.

10.2.3 Если предполагается, что проба для анализа имеет температуру вспышки 110 °С или ниже, то первый подвод источника зажигания осуществляют при температуре пробы для анализа на 23 ± 5 °С ниже ожидаемой температуры вспышки, а затем подводят пламя при повышении температуры на каждый 1 °С. Прекращают перемешивание и подводят источник зажигания, приводя в действие механизм, расположенный на крышке, который регулирует заслонку прибора и источник зажигания таким образом, что источник опускается в паровое пространство испытательного тигля за 0,5 с, остается в самом нижнем положении в течение 1 с и быстро поднимается до своего высшего положения.

10.2.4 Если предполагается, что проба для анализа имеет температуру вспышки выше 110 °С, то первый подвод источника зажигания осуществляют при температуре пробы для анализа на 23 ± 5 °С ниже ожидаемой температуры вспышки, а затем подводят пламя при повышении температуры на каждые 2 °С. Прекращают перемешивание и подводят источник зажигания, приводя в действие механизм, расположенный на крышке, который регулирует заслонку прибора и источник зажигания таким образом, что источник опускается в паровое пространство испытательного тигля за 0,5 с, остается в самом нижнем положении в течение 1 с и быстро поднимается до своего высшего положения.

10.2.5 При испытании материалов с неизвестной температурой вспышки проводят предварительное испытание при подходящей начальной температуре. Осуществляют первый подвод источника зажигания при температуре пробы для

анализа на 5°C выше начальной температуры и продолжают методику, приведенную в 10.2.3 или 10.2.4 соответственно.

10.2.6 Записывают в качестве наблюдаемой температуры вспышки температуру пробы для анализа, отсчитанную по термометру, в тот момент, когда подвод источника зажигания вызывает четкую вспышку внутри испытательного тигля. Не следует путать истинную температуру вспышки с голубоватым ореолом, который иногда окружает источник зажигания перед тем, как он вызывает фактическую вспышку.

10.2.7 Если температура, при которой наблюдается температура вспышки, ниже температуры первого подвода источника зажигания на 18°C или выше ее на 28°C , то результат является недостоверным. Повторяют испытание на свежей пробе для анализа, регулируя температуру первого подвода источника зажигания до тех пор, пока получат достоверное определение, при котором температура вспышки будет на $18\text{-}28^{\circ}\text{C}$ выше температуры первого подвода источника зажигания.

10.3 Методика В

10.3.1 Регистрируют барометрическое давление окружающей среды по барометру (6.3), который расположен рядом с прибором во время проведения испытания (см. примечание к 10.2.1).

10.3.2 Заполняют испытательный тигель (см. 7.3) пробой для анализа до уровня, указанного соответствующей меткой. Закрывают испытательный тигель крышкой и помещают в камеру подогрева. Проверяют правильность срабатывания фиксирующего или запирающего механизма и вставляют термометр (6.2). Зажигают испытательное пламя и регулируют таким образом, чтобы его диаметр составлял от 3 до 4 мм, или включают альтернативный источник зажигания. Зажигают пламя нагревателя или включают электрический нагреватель, подводят тепло таким образом, чтобы скорость повышения температуры пробы для анализа (согласно показаниям термометра) составляла $1,0\text{-}1,5^{\circ}\text{C}/\text{мин}$, и поддерживают такую скорость нагрева на протяжении всего испытания. Перемешивают пробу для анализа в направлении сверху вниз со скоростью 250 ± 10 об/мин.

10.3.3 За исключением требований к скорости нагревания и перемешиванию, приведенных в 10.3.2, продолжают в соответствии с 10.2.3-10.2.7.

11 Расчет

11.1 Перевод показаний барометрического давления

Если показание барометрического давления измеряется в других единицах, чем килопаскаля, переводят его в килопаскаля по одному из следующих уравнений:

Показание в гПа $\times 0,1 =$ кПа

Показание в мбар $\times 0,1 =$ кПа

Показание в ммНг $\times 0,1333 =$ кПа

11.2 Поправка на нормальное атмосферное давление для наблюдаемой температуры вспышки

Рассчитывают температуру вспышки с поправкой на нормальное атмосферное давление 101,3 кПа, T_c , по следующему уравнению:

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

где

T_o – температура вспышки при барометрическом давлении окружающей среды, в градусах Цельсия;

p – барометрическое давление окружающей среды, в килопаскалях.

ПРИМЕЧАНИЕ. Это уравнение является строго правильным только в диапазоне барометрического давления от 98,0 до 104,7 кПа.

12 Выражение результатов

Записывают температуру вспышки с поправкой на нормальное атмосферное давление, округляя до $0,5^\circ\text{C}$.

13 Сходимость

13.1 Общие положения

Сходимость, как она определена в международном стандарте ISO 4259^[7] при

статистическом исследовании результатов межлабораторного испытания, приводится в 13.2 и 13.3.

13.2 Повторяемость, r

Расхождение между результатами двух испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение продолжительного периода при нормальном и правильном функционировании метода испытания превышает значения, приведенные в табл. 1 и 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 1. Значения повторяемости для методики А

Материал	Интервал температуры вспышки, °C	Повторяемость, r °C
Краски и лаки	-	1,5
Дистилляты и неотработавшие смазочные масла	40-250	$0,029X^a$

^a X – среднее значение результатов испытаний, подлежащих сравнению.

Таблица 2. Значения повторяемости для методики В

Материал	Интервал температуры вспышки, °C	Повторяемость, r °C
Остаточное котельное топливо и битум, растворенный в нефтяном дистилляте	40-110	2,0
Отработавшие смазочные масла	170-210	5^a
Жидкости, склонные к образованию поверхностной пленки, жидкости со взвешенными твердыми частицами и высоковязкие материалы	-	$5,0^b$

^a – Данные получены при испытании одного образца отработавшего дизельного топлива в 20 лабораториях.
^b – Данные по сходимости были определены Комитетом D-1 ASTM.

13.3 Воспроизводимость, R

Расхождение между результатами двух однократных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в различных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение

продолжительного периода при нормальном и правильном функционировании метода испытания превышает значения, приведенные в табл. 3 и 4, только в одном случае из двадцати.

Таблица 3. Значения воспроизводимости для методики А

Материал	Интервал температуры вспышки, °C	Воспроизводимость, R °C
Краски и лаки	-	-
Дистилляты и неотработавшие смазочные масла	40-250	0,071X ^a

^a X – среднее значение результатов испытаний, подлежащих сравнению.

Таблица 4. Значения воспроизводимости для методики В

Материал	Интервал температуры вспышки, °C	Воспроизводимость, R °C
Остаточное котельное топливо и битум, растворенный в нефтяном дистилляте	40-110	6,0
Отработавшие смазочные масла	170-210	16 ^a
Жидкости, склонные к образованию поверхностной пленки, жидкости со взвешенными твердыми частицами и высоковязкие материалы	-	10,0 ^b

^a – Данные получены при испытании одного образца отработавшего дизельного топлива в 20 лабораториях.
^b – Данные по сходимости были определены Комитетом D-1 ASTM.

14 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать, по меньшей мере, следующую информацию:

- ссылку на данный международный стандарт и используемую методику;
- тип и полную идентификацию испытываемой пробы;
- температуру и время предварительного нагрева, если применяется (см. 9.1.4);

- d) барометрическое давление окружающей среды вблизи прибора (см. 10.2.1 и 10.3.1);
- e) результат испытания (см. раздел 12);
- f) любое отклонение, по согласению или иным образом, от заданной методики;
- g) дату испытания.

Приложение А

(информативное)

Верификация прибора

А.1 Общие положения

В настоящем приложении описывается методика получения вторичного рабочего эталона (SWS) и проведения верификационных проверок с использованием SWS и сертифицированного эталонного материала (CRM).

Следует регулярно верифицировать рабочие характеристики прибора (ручного или автоматического) с использованием либо CRM, полученного в соответствии с руководствами ISO Guide 34^[2] и ISO Guide 35^[3], либо внутреннего эталонного материала/SWS, приготовленного в соответствии с одной из методик, приведенных в А.2.2. Следует оценивать рабочие характеристики прибора в соответствии с инструкциями, приведенными в руководстве ISO Guide 33^[1] и международном стандарте ISO 4259^[7].

Оценка правильности результата испытания предполагает 95% доверительный уровень.

А.2 Эталоны для верификационной проверки

А.2.1 Сертифицированный эталонный материал (CRM), состоящий из насыщенного простого углеводорода или другого устойчивого вещества с температурой вспышки, определенной в соответствии с руководствами ISO Guide 34 и ISO Guide 35 с помощью межлабораторного исследования для получения специфичного для метода сертифицированного значения.

А.2.2 Вторичный рабочий эталон (SWS), состоящий из насыщенного нефтепродукта, простого углеводорода или другого устойчивого вещества с температурой вспышки, определенной либо

- а) при испытании представительной подвыборки, по меньшей мере, три раза с

использованием прибора, предварительно верифицированного по CRM, статистического анализа результатов и после удаления любых выбросов расчета среднеарифметического значения результатов; либо

- b) при проведении специфичной для метода программы межлабораторного испытания с использованием, по меньшей мере, трех лабораторий, которые дублируют анализ представительных образцов. Приписанное значение температуры вспышки следует рассчитывать после проведения статистического анализа межлабораторных данных.

Хранят SWS в контейнерах, которые обеспечивают их целостность в условиях, защищенных от воздействия прямого солнечного света при температуре, не превышающей 10°C.

A.3 Методика

A.3.1 Выбирают такой материал CRM или SWS, который попадает в интервал температур вспышки, подлежащих определению на приборе. См. табл.А.1 для установления приблизительных значений температур вспышки.

Рекомендуется использовать по два материала CRM или SWS для того, чтобы охватить, насколько это возможно, более широкий интервал. Кроме того, также рекомендуется, чтобы повторные испытания проводились на аликвотах CRM или SWS.

Таблица А.1. Приблизительные значения температур вспышки углеводородов, определенные в приборе с закрытым тиглем

Углеводород	Номинальная температура вспышки, °C
Декан	53
Ундекан	68
Додекан	84
Тетрадекан	109
Гексадекан	134

A.3.2 В случае использования нового прибора и, по меньшей мере, один раз в год в случае работающего прибора выполняют верификационную проверку с использованием CRM (A.2.1), проводя ее в соответствии с 10.2.

A.3.3 В случае промежуточной верификации проводят верификационную проверку с использованием SWS (A.2.2), проводя ее в соответствии с 10.2.

A.3.4 Вносят поправку в результат на барометрическое давление в соответствии с 11.2. Записывают результат с поправкой с точностью до ближайшего 0,1°C в постоянный формуляр.

A.4 Оценка результата испытаний

A.4.1 Общие положения

Сравнивают результат(ы) испытаний с поправкой с сертифицированным значением CRM или приписанным значением SWS.

В формулах, приведенных в A.4.1.1 и A.4.1.2, сделано предположение о том, что воспроизводимость была оценена в соответствии с международным стандартом ISO 4259^[7], сертифицированное значение CRM или приписанное значение SWS были получены по методикам, установленным в руководстве ISO Guide 35^[3], а погрешность мала по сравнению со среднеквадратическим отклонением метода испытания и поэтому мала по сравнению с воспроизводимостью метода испытания, R .

A.4.1.1 Однократное испытание

В случае однократного испытания с использованием CRM или SWS расхождение между результатом однократного испытания и сертифицированным значением CRM или приписанным значением SWS должно находиться в следующем допуске:

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

где

x результат испытания;

μ сертифицированное значение CRM или приписанное значение SWS;

R воспроизводимость метода испытаний.

A.4.1.2 Многократные испытания

Если проводится несколько повторных испытаний, n , с использованием CRM или SWS, расхождение между средним значением n результатов и сертифицированным значением CRM или приписанным значением SWS должно находиться в следующем допуске:

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

где

\bar{x} среднее значение результатов испытаний;

μ сертифицированное значение CRM или приписанное значение SWS;

R_1 равно $\sqrt{R^2 - r^2 \{1 - 1/n\}}$;

R воспроизводимость метода испытания;

r повторяемость метода испытания;

n количество повторных испытаний, выполненных с использованием CRM или SWS.

A.4.2 Если результат испытаний соответствует требованиям к допуску, записывают этот факт.

A.4.3 Если результат испытаний не соответствует требованиям к допуску и для верификационной проверки использовался SWS, повторяют испытание с использованием CRM. Если результат испытаний соответствует требованиям к допуску, записывают этот факт и отбрасывают SWS.

A.4.4 Если результат испытаний все еще не соответствует требованиям к допуску, осматривают прибор и проверяют, что он соответствует техническим требованиям к прибору. Если не обнаруживают очевидного несоответствия, проводят дополнительную верификационную проверку с использованием другого CRM. Если результат испытаний соответствует требованиям к допуску, записывают этот факт. Если результат испытаний все еще не находится в пределах требуемого допуска, отправляют прибор изготовителю для подробного обследования.

Приложение В (нормативное)

Прибор Мартенс-Пенского с закрытым тиглем

В.1 Общие положения

В данном приложении описывается ручной прибор с газовым/электрическим обогревом и пламенным запалом. Он должен состоять из испытательного тигля, крышки в сборе и камеры подогрева, как указано в В.2-В.4. Типичный прибор в сборе, в данном случае с газовым обогревом, показан на рис. В.1.

В.2 Испытательный тигель

Испытательный тигель должен быть изготовлен из латуни или другого нержавеющей металла эквивалентной удельной теплопроводности и соответствовать требованиям к размерам, указанным на рис. В.2. Фланец должен быть снабжен устройствами для фиксирования положения тигля в камере подогрева. Необходимо, чтобы на фланце тигля была укреплена ручка, которая не должна быть тяжелой, чтобы пустой тигель не опрокидывался.

В.3 Крышка в сборе

В.3.1 Крышка в сборе должна состоять из следующих деталей.

В.3.2 Крышка, изготовленная из латуни или другого нержавеющей металла эквивалентной удельной теплопроводности, с бортиком, выступающим вниз почти до фланца тигля, как показано на рис. В.3. Зазор между бортиком и наружной стороной тигля не должен превышать 0,36 мм по диаметру. Необходимо предусмотреть фиксирующее или запорное устройство, или то и другое, совмещающееся с соответствующим устройством на тигле. На рис. В.3 показаны три отверстия на крышке А, В и С. Верхний край тигля должен тесно соприкасаться с внутренней поверхностью крышки по всей окружности.

В.3.3 Заслонка, изготовленная из латуни, толщиной около 2,4 мм, расположенная на верхней поверхности крышки, как показано на рис. В.4. Заслонка должна иметь такую форму и монтироваться таким образом, чтобы она вращалась относительно оси горизонтального центра крышки между двумя упорами. Упоры расположены таким образом, что при одном крайнем положении отверстия А, В и С в крышке закрыты, а при другом – эти отверстия полностью открыты. Заслонка должна приводиться в действие пружинным механизмом, сконструированным таким образом, что в неподвижном состоянии заслонка точно закрывает три отверстия. При переходе с помощью этого механизма в другое крайнее положение три отверстия крышки должны точно открываться, а наконечник зажигательного устройства (см. В.3.4) должен полностью опускаться.

В.3.4 Зажигательное устройство, наконечник которого имеет отверстие диаметром от 0,7 до 0,8 мм, как показано на рис В.4. Этот наконечник должен быть изготовлен из нержавеющей стали или другого подходящего материала. Зажигательное устройство должно иметь механизм, который в «открытом» положении заслонки опускает наконечник зажигательного устройства таким образом, что центр отверстия находится между нижней и верхней поверхностями крышки в определенной точке на радиусе, проходящем через центр наибольшего отверстия А (см. рис. В.3).

ПРИМЕЧАНИЕ. На крышке в зоне видимости может быть установлен шарик, изготовленный из подходящего материала, размеры которого соответствуют размеру испытательного пламени (3 – 4 мм).

В.3.5 Пламя запальника для автоматического повторного зажигания. Наконечник запальника должен иметь отверстие диаметром от 0,7 до 0,8 мм.

В.3.6 Мешалка, смонтированная в центре крышки (см. рис. В 4), с двумя двухлопастными металлическими крыльчатками. Каждая лопасть имеет ширину 8 мм и угол наклона 45° . Расстояние от конца до конца нижней крыльчатки должно составлять 38 мм, а верхней – 19 мм. Обе крыльчатки должны быть расположены

на валу мешалки таким образом, чтобы глядя снизу мешалки, лопасти одной находились под углом 0 и 180° , а другой – 90 и 270° .

ПРИМЕЧАНИЕ. Вал мешалки при перемешивании в направлении сверху вниз может быть соединен с мотором при помощи гибкого вала или соответствующей системы шкивов.

В.4 Камера подогрева и верхняя пластина

Испытательный тигель должен нагреваться с помощью камеры подогрева соответствующей конструкции, которая эквивалентна воздушной бане. Камера подогрева должна состоять из воздушной бани и верхней пластины, на которой находится фланец тигля.

Воздушная баня должна иметь цилиндрическую внутреннюю часть и соответствовать требованиям к размерам, указанным на рис. В.1. Она должна представлять собой металлическую емкость либо с пламенным, либо электрическим обогревом или иметь внутренний резистивный электроэлемент. В любом случае воздушная баня должна соответствовать своему применению без деформации под действием температур, воздействию которых она подвергается.

Если воздушная баня представляет собой металлическую емкость с пламенным или электрическим обогревом, то она должна быть сконструирована таким образом, чтобы температура ее дна и стенок была приблизительно одинаковой. По этой причине толщина дна и стенок должна быть не менее 6 мм. Если воздушная баня нагревается пламенем, то ее конструкция должна быть такой, чтобы продукты горения пламени не могли подниматься вверх и соприкасаться с тиглем.

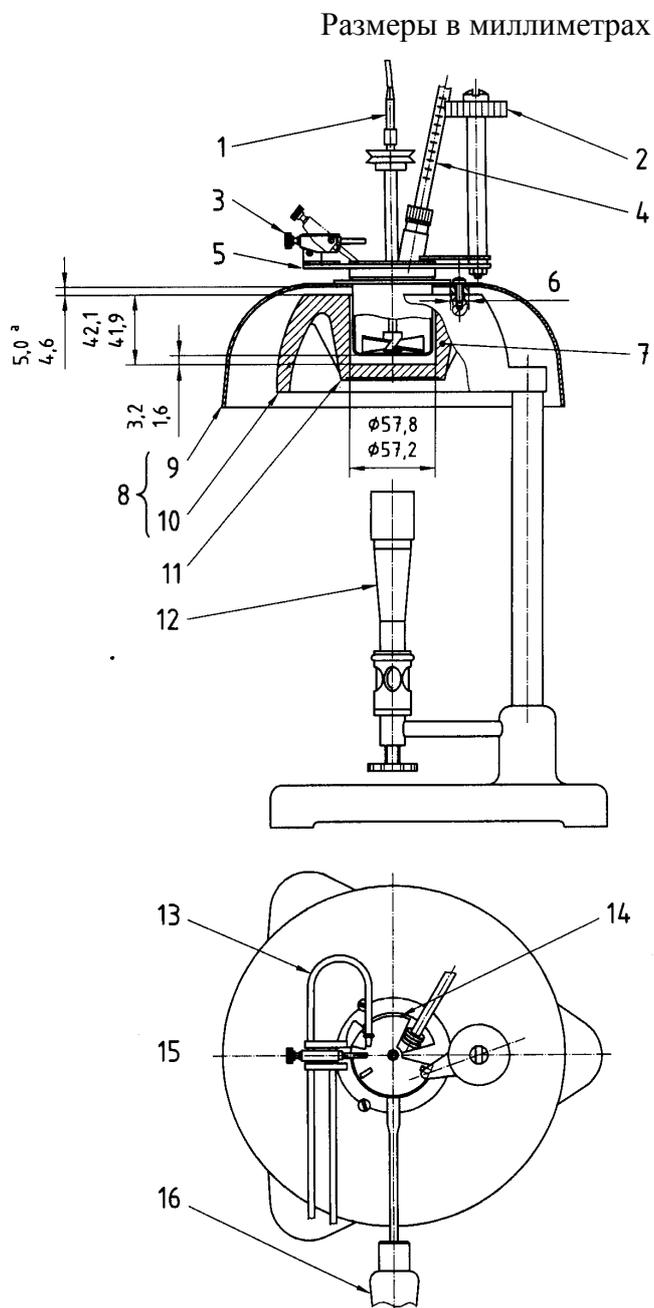
Если воздушная баня имеет резистивный электроэлемент, то она должна иметь такую конструкцию, чтобы все части внутренней поверхности нагревались равномерно. Толщина стенок и дна воздушной бани должна быть не менее 6 мм.

Верхняя пластина должна быть изготовлена из металла и установлена с воздушным зазором между ней и воздушной баней. Она должна крепиться к

воздушной бане с помощью трех винтов и установочных муфт. Муфты должны быть достаточной толщины, чтобы обеспечивать воздушный зазор $4,8 \pm 0,2$ мм, и их диаметр не должен превышать 9,5 мм.

Обозначения

- 1 Гибкий вал
- 2 Кнопка, приводящая в действие заслонку
- 3 Зажигательное устройство
- 4 Термометр
- 5 Крышка
- 6 Муфта диаметром не более 9,5 мм
- 7 Испытательный тигель
- 8 Камера подогрева
- 9 Верхняя пластина
- 10 Воздушная баня
- 11 Толщина не менее 6,5 мм по поверхности тигля, т.е. толщина металла, кружающего тигель
- 12 Нагреватель пламенного или резистивного типа (показан нагреватель пламенного типа)
- 13 Запальник
- 14 Заслонка
- 15 Лицевая сторона
- 16 Ручка (не обязательно)

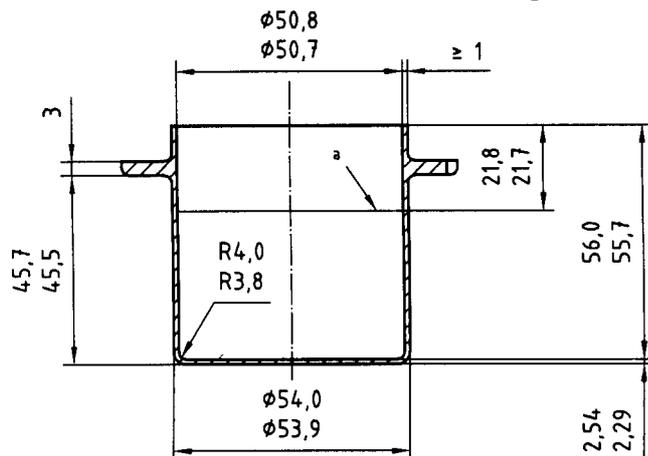


ПРИМЕЧАНИЕ. Крышка может устанавливаться поворотом или влево, или вправо.

^a Воздушный зазор.

Рис. В.1. Прибор Мартенс-Пенского с закрытым тиглем

Размеры в миллиметрах



^a Метка уровня

Рис. В.2. Испытательный тигель

Размеры в миллиметрах

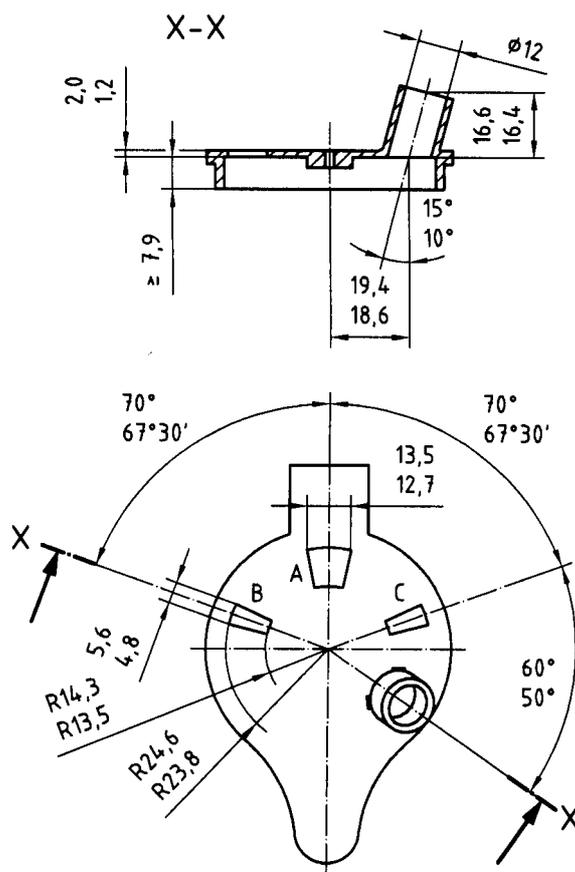


Рис. В.3. Крышка

Размеры в миллиметрах

Обозначения

- 1 Зажигательное устройство
- 2 Термометр
- 3 Переходная муфта термометра (см. приложение D)
- 4 Крышка
- 5 Заслонка
- 6 Испытательный тигель
- 7 Мешалка

^a Зазор не более 0,36 мм

^b Край тигля должен соприкасаться с внутренней поверхностью крышки по всей окружности.

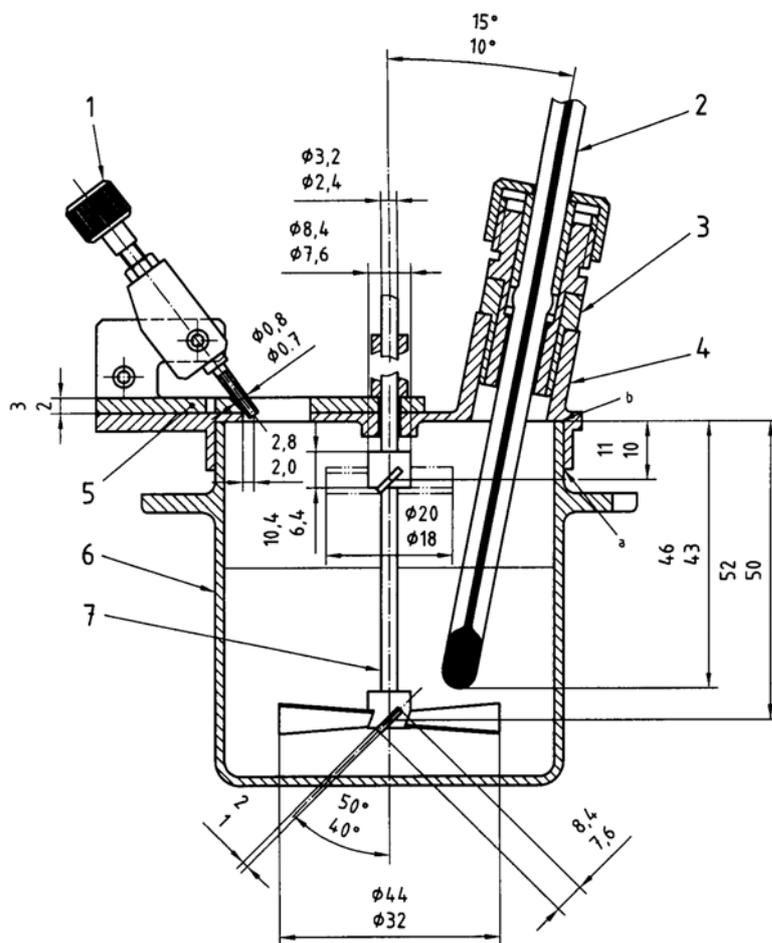


Рис. В.4. Испытательный тигель с крышкой в сборе

Приложение С (нормативное)

Технические требования к термометрам

Таблица С.1. Технические требования к термометрам

	Низкий интервал	Средний интервал	Высокий интервал
Интервал	от -5 до $+110^{\circ}\text{C}$	от 20 до 150°C	от 90 до 370°C
Погружение, мм	57	57	57
Градуировка:			
Дробные деления	$0,5^{\circ}\text{C}$	1°C	2°C
Удлиненные линии через каждые	1 и 5°C	5°C	10°C
Оцифровка через каждые	5°C	5°C	20°C
Погрешность шкалы, макс.	$0,5^{\circ}\text{C}$	1°C	1°C до 260°C 2°C свыше 260°C
Камера расширения: допустимый нагрев до	160°C	200°C	370°C
Общая длина, мм	282-295	282-295	282-295
Диаметр капилляра, мм	6,0-7,0	6,0-7,0	6,0-7,0
Длина шарика, мм	9-13	9-13	7-10
Диаметр шарика, мм	не менее 5,5, но не более диа- метра капил- ляра	не менее 5,5, но не более диа- метра капил- ляра	не менее 5,5, но не более диа- метра капил- ляра
Расстояние от дна шарика до деления шкалы	0°C : 85-95 мм	20°C : 85-95 мм	90°C : 80-90 мм
Длина градуированной части, мм	140-175	140-180	145-180
Расширение капилляра:			
Диаметр, мм	7,5-8,5	7,5-8,5	7,5-8,5
Длина, мм	2,5-5,0	2,5-5,0	2,5-5,0
Расстояние до дна, мм	64-66	64-66	64-66
ПРИМЕЧАНИЕ 1.	Термометры IP 15C/ASTM 9C, IP 16C/ASTM 10C, IP 101C и ASTM 88C удовлетворяют указанным выше требованиям.		
ПРИМЕЧАНИЕ 2.	См. приложение D относительно переходной муфты термометров с низким интервалом.		

Приложение D (информативное)

Переходная муфта для термометра с низкотемпературным интервалом

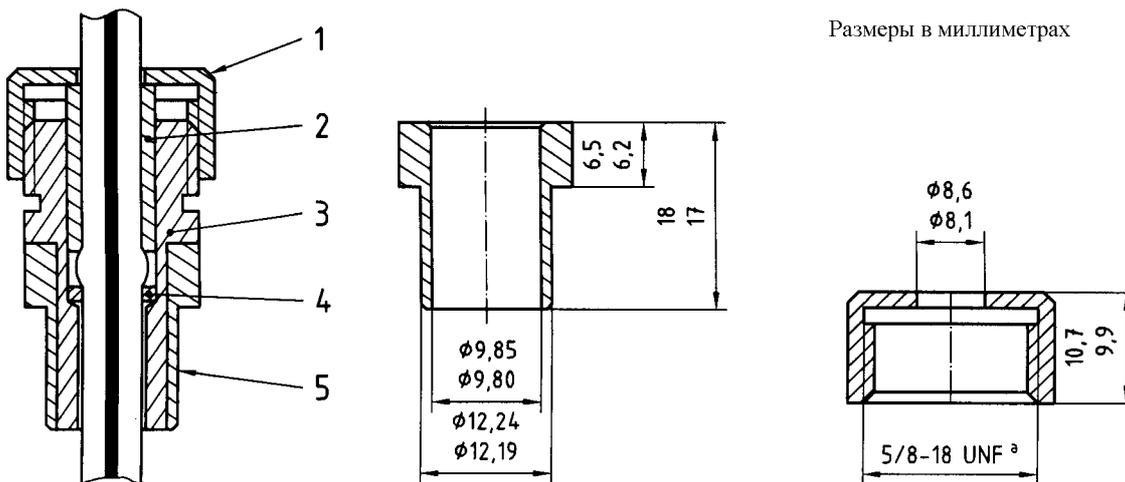
D.1 Общие положения

Термометры с низкотемпературным интервалом иногда оснащаются металлической манжетой, предназначенной для установки буртика закрытого прибора Тага для определения температуры вспышки (ASTM D56^[9]). Они дополнительно могут быть оборудованы переходной муфтой (см. рис. D.1), используемой в приборе Мартенс-Пенского с буртиком большего диаметра.

D.2 Калибр для проверки расширения капилляра термометров

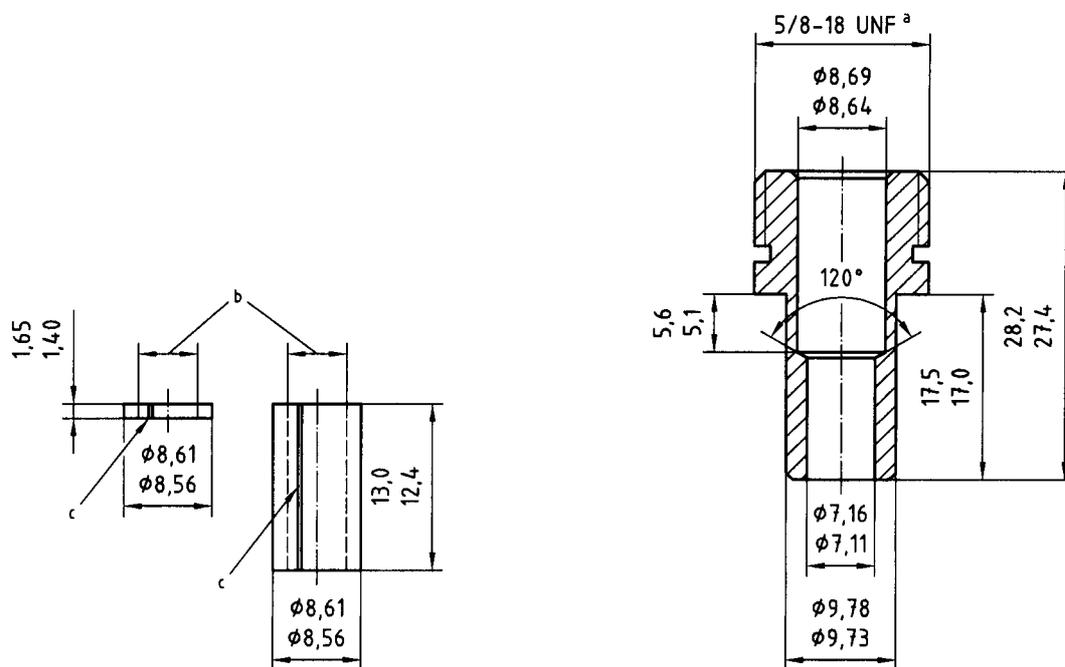
Длина расширения капилляра и расстояние от нижнего конца расширения до дна шарика могут измеряться калибром для проверки расширения капилляра термометра, показанного на рис. D.2.

Размеры в миллиметрах



а) Переходная муфта (латунь)

б) Зажимная гайка (нержавеющая сталь)



с) Уплотнительные кольца (мягкий алюминий)

д) Манжета (нержавеющая сталь)

Обозначения

- 1 Зажимная гайка
- 2 Уплотнительное кольцо
- 3 Манжета
- 4 Уплотнительное кольцо
- 5 Переходная муфта

^a Или эквивалент.

^b Отверстия, соответствующие капилляру термометра.

^c Щель.

Рис. D.1. Размеры переходной муфты, манжеты и уплотнительного кольца термометра

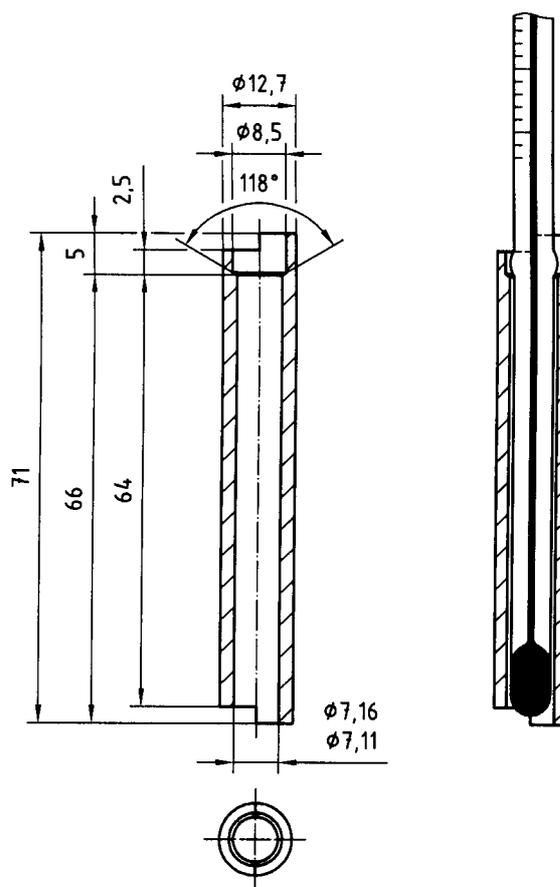


Рис. D.2. Калибр для проверки расширения капилляра термометра

Библиография

- [1] ISO Guide 33:1989 *Использование сертифицированных эталонных материалов*
- [2] ISO Guide 34:2000 *Общие требования к компетентности производителей эталонных материалов*
- [3] ISO Guide 35:1989 *Сертификация эталонных материалов. Общие и статистические принципы*
- [4] ISO 1523:2002 *Определение температуры вспышки. Метод определения в закрытом тигле в равновесном состоянии*
- [5] ISO 2592:2000 *Нефтепродукты. Определение температуры вспышки и воспламенения. Метод с применением прибора Кливленда с открытым тиглем*
- [6] ISO 3679:-¹⁾ *Определение температуры вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесном состоянии*
- [7] ISO 4259:1992 *Нефтепродукты. Определение и применение данных о сходимости методов испытаний*
- [8] ISO 13736:1997 *Нефтепродукты и другие жидкости. Определение температуры вспышки. Метод с применением прибора Абея с закрытым тиглем*
- [9] ASTM D56-01 *Метод определения температуры вспышки с применением закрытого прибора Тага*

¹⁾ Будет опубликован. (Пересмотр ISO 3679:1983)

