ЕВРАЗИЙСКИЙ COBET ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)



# МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ΓΟCT 6356-202

(Проект RU, окончательная редакция)

# НЕФТЕПРОДУКТЫ

# Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

#### Минск

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации 202

## Предисловие

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

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

### Сведения о стандарте

- 1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации»)
- 2 BHECEH Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии
- 3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № .)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование нацио- нального органа по стандартизации

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

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернетсайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

# МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

## НЕФТЕПРОДУКТЫ

## Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле

Petroleum products.

Method of test for flash point by closed cup

Дата введения – 20 – –

# 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты и устанавливает метод определения температуры вспышки в закрытом тигле.

Примечание — Допускается применять настоящий стандарт для определения температуры вспышки в закрытом тигле других горючих веществ, однако установленные показатели прицезинонности в этом случае могут быть не применимы.

1.2 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране труда, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 400 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ ISO 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить

(Проект RU, окончательная редакция)

действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении минимальной температуры, при которой в условиях испытания над поверхностью нефтепродукта образуется смесь паров и газов с воздухом, способная вспыхивать (кратковременно воспламеняться) от источника зажигания, путем нагревания (при проведении определения) испытуемого нефтепродукта в закрытом тигле с постоянной скоростью при непрерывном перемешивании и оценки указанной температуры через определенные интервалы температур.

# 4 Аппаратура

- 4.1 Аппарат Пенски-Мартенса для определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле, оснащенный мешалкой с частотой вращения от 1.5 до  $2.0 \, \mathrm{c}^{-1}$ .
- 4.2 Термометры типов ТИН1-1, ТИН1-2 по ГОСТ 400 или типов ТН1-1, ТН1-2, ТН-6.

Примечание — Термометр ТН-6 применяют при испытании продуктов с температурой вспышки ниже 12 °C.

- 4.3 Экран с тремя секциями, окрашенный с внутренней стороны черной краской (при необходимости).
- 4.4 Барометр или барометр-анероид, с погрешностью измерения не более 0,1 кПа.
  - 4.5 Секундомер.

4.6 Камера холодильная, обеспечивающая охлаждение испытуемого образца (для образцов, имеющих температуру вспышки ниже 50 °C) ниже предполагаемой температуры вспышки не менее чем на 17 °C.

Примечание — Допускается вместо холодильной камеры при проведении испытания использовать охладительную смесь.

4.7 Допускается использовать аппаратуру (в т. ч. автоматическую и полуавтоматическую), средства измерения (СИ), отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

## 5 Реактивы и материалы

- 5.1 Растворитель нефтяной, выкипающий до температуры 150 °C.
- 5.2 Кальций хлористый гранулированный или натрий хлористый по ГОСТ 4233, или натрий сернокислый по ГОСТ 4166.
  - 5.3 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
- 5.4 Допускается использовать реактивы и материалы, отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

# 6 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, или ГОСТ ISO 3170.

# 7 Подготовка к проведению испытания

#### 7.1 Подготовка образца

- 7.1.1 Образец нефтепродукта перед испытанием перемешивают в течение 5 мин встряхиванием в емкости, заполненной не более чем на 2/3 ее вместимости.
- 7.1.2 Образцы нефтепродуктов, имеющих температуру вспышки ниже 50 °C, охлаждают до температуры ниже предполагаемой температуры вспышки не менее чем на 17 °C.
- 7.1.3 Образцы нефтепродуктов, заполнение тигля которыми затруднительно ввиду их низкой текучести, предварительно нагревают до температуры, обеспечивающей заполнение тигля образцом, но ниже предполагаемой температуры вспышки не менее чем на 17 °C.
- 7.1.4 Образцы нефтепродуктов, содержащие воду в количестве более 0,05 %, в трехкратном объеме, необходимом для проведения испытания, обезвоживают обработкой их свежепрокаленными и охлажденными хлористым натрием, хлористым

#### **FOCT 6356-202**

(Проект RU, окончательная редакция)

кальцием или сернокислым натрием, или фильтрованием через фильтровальную бумагу. После фильтрования используют верхний слой для проведения испытания.

Примечание — При необходимости допускается непродолжительный нагрев образца до температуры ниже предполагаемой температуры вспышки не менее чем на 17 °C.

7.1.5 Если предполагается, что образец нефтепродукта содержит летучие примеси, то подготовку по 7.1.3, 7.1.4 не проводят и для проведения испытания используют верхний слой образца.

#### 7.2 Подготовка аппаратуры

7.2.1 Устанавливают аппарат на ровной поверхности в затемненном месте, где вспышка хорошо видна и нет заметного движения воздуха. Аппарат с трех сторон закрывают экраном.

Примечания

- 1 Допускается при одновременном использовании нескольких аппаратов применять один экран с секциями большей ширины.
  - 2 При проведении испытания на автоматическом аппарате экран не используют.
- 7.2.2 Промывают тигель и крышку прибора растворителем. Высушивают, удаляя все следы растворителя, и охлаждают до температуры не менее чем на 17 °C ниже предполагаемой температуры вспышки.

Примечание — При испытании нефтепродуктов с температурой вспышки ниже 50 °С нагревательную баню аппарата для определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле охлаждают до температуры окружающей среды. Тигель в данном случае должен иметь температуру образца, подготовленного по 7.1.2.

- 7.2.3 Наливают испытуемый нефтепродукт в тигель до метки, не допуская смачивания стенок тигля выше нее.
- 7.2.4 Закрывают тигель крышкой и устанавливают в нагревательную баню аппарата для определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле. Размещают термометр и зажигают зажигательное устройство, регулируя пламя так, чтобы форма его была близкой к шару диаметром от 3 до 4 мм.

Примечание – При испытании нефтепродуктов, выделяющих токсичные вещества при разложении и горении, испытание проводят с применением соответствующих средств защиты органов дыхания в выключенном вытяжном шкафу, включая его между испытаниями для проветривания.

7.2.5 Для контроля правильности результатов испытания, а также проверки аппаратов используют стандартные образцы температуры вспышки в закрытом тигле.

Примечание – Порядок применения стандартных образцов изложен в паспорте используемого стандартного образца.

## 8 Проведение испытания

- 8.1 Измеряют фактическое барометрическое давление *P*. Округляют и регистрируют полученный результат до целых мм рт. ст или 0,1 кПа, или 0,001 бар.
- 8.2 Включают нагревательную баню и нагревают испытуемый нефтепродукт в тигле со скоростью от 5 °C до 6 °C в 1 мин с одновременным перемешиванием.
- 8.3 Проводят испытание на вспышку при достижении испытуемым образцом температуры на 17 °C ниже предполагаемой температуры вспышки следующим образом:
- для нефтепродуктов с температурой вспышки 104 °C и ниже при повышении температуры испытуемого нефтепродукта на каждый 1 °C;
- для нефтепродуктов с температурой вспышки выше 104 °C при повышении температуры испытуемого нефтепродукта на каждые 2 °C.

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

8.4 За температуру вспышки каждого определения принимают показания термометра в момент четкого появления первого (синего) пламени над поверхностью нефтепродукта внутри аппарата.

Примечание — 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 °C или 2 °C. Если при этом вспышки не произойдет, испытание повторяют.

8.5 При применении газового зажигательного устройства в процессе испытания оно должна находиться в зажженном состоянии для исключения возможности проникновения газа в тигель.

Примечание – Если в процессе какого-либо определения на вспышку зажигательное устройство погаснет в момент открытия отверстий крышки, то результат этого определения не учитывают.

8.6 При испытании нефтепродукта с неизвестной температурой вспышки проводят предварительно определение по 8.1–8.5. Если расхождение между результатом предварительного определения и последующим определением превышает зна-

(Проект RU, окончательная редакция)

чение повторяемости, то результат предварительного определения в дальнейшем не учитывают.

# 9 Обработка результатов

9.1 Вычисляют поправку  $\Delta t$ , °C, на стандартное барометрическое давление (101,3 кПа, 1,013 бар, 760 мм рт. ст.) по одной из следующих формул.

$$\Delta t = \frac{101,3 - P}{3.3} \cdot 0,9,\tag{1}$$

где P — фактическое барометрическое давление, к $\Pi$ а;

$$\Delta t = \frac{1,013 - P}{0.033} \cdot 0.9,\tag{2}$$

где P — фактическое барометрическое давление, бар;

$$\Delta t = 0.0362 (760 - P), \tag{3}$$

где P – фактическое барометрическое давление, мм рт. ст.

Допускается применять поправки, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Поправки на стандартное барометрическое давление

Фактическое барометрическое давление			Значение поправки $\Delta t$ , °C	
кПа	бар	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	

Примечание — Приведенные значения поправок на стандартное барометрическое давление вычислены с погрешностью, не превышающей 1 °C

- 9.2 Вычисляют значение температуры вспышки с учетом поправки на стандартное барометрическое давление алгебраическим сложением значений, полученных по 8.1–8.5 и 9.1.
- 9.3 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений температуры вспышки в закрытом тигле, округленное до целого числа.

#### 10 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование, тип и марку (при наличии) испытуемого нефтепродукта;

- дату проведения испытания;
- идентификацию образца;
- результат испытания;
- информацию о любых отклонениях от процедуры проведения испытания.

## 11 Прецизионность

#### 11.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух последовательных определений, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 2, не более, чем в одном случае из 20.

Таблица 2 - Прецизионность

Значение температуры вспышки в закрытом тигле, °С	Повторяемость, ° С	Воспроизводимость, °С
До 104 включ.	2	4
Св. 104	5	8

#### 11.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 2, не более, чем в одном случае из 20.

### **FOCT 6356-202**

(Проект RU, окончательная редакция)

УДК 665.71:543.637.5:006.354

MKC 75.080

Ключевые слова: нефтепродукты, определение температуры вспышки в закрытом тигле

Заместитель председателя МТК 031

В.П. Коваленко

Ответственный секретарь МТК 031

Л.О. Перегородиева