



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ШАҒЫН ӨЛШЕМДЕГІ ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРАШТА ТҮТАНУ ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСТЕРІ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ МАЛОГО РАЗМЕРА

ҚР СТ ASTM D3828–2013

*ASTM D3828 - 12a Standard Test Methods for Flash Point by
Small Scale Closed Cup Tester (IDT)*

Ресми басылым

Осы ұлттық стандарт ASTM D3828 - 12a «Standard Test Method for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester» негізделген, авторлық құқық АСТМ Интернэшнл, РА 19428, АҚШ. АСТМ Интернэшнл-дің рұқсатымен қайта басылады

**Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ШАҒЫН ӨЛШЕМДЕГІ ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРАШТА ТҮТАНУ ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСТЕРІ

ҚР СТ ASTM D3828–2013

*ASTM D3828 -12a Standard Test Methods for Flash Point by
Small Scale Closed Cup Tester (IDT)*

Ресми басылым

Осы ұлттық стандарт ASTM D3828 - 12a «Standard Test Method for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester» негізделген, авторлық құқық АСТМ Интернэшнл, РА 19428, АҚШ. АСТМ Интернэшнл-дің рұқсатымен қайта басылады

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Мұнай және газ ақпараттық-талдамалық орталығы» акционерлік қоғамы **ӘЗІРЛЕП**

«Мұнай, газ, олардан қайта өңделген өнімдер, мұнай, мұнай-химиялық және газ өнеркәсібіне арналған материалдар, жабдық мен имараттар» № 58 стандарттау жөніндегі техникалық комитеті және «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны **ЕНГІЗГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2013 жылғы 28 қарашасының № 548-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ASTM D3828 – 12a Standard test methods for flash point by small scale closed cup tester (Шағын өлшемдегі жабық тигельде тұтану температурасын анықтау әдістері) американдық стандартымен бірдей, авторлық құқығы 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Пенсильвания штаты, 19428, АҚШ, АСТМ Интернешнел тиесілі. АСТМ Интернешнел рұқсатымен қайта басылады. ASTM D3828– 12a стандартын D02.03 ішкі комитеті әзірледі.

ҚазСтИн аталған ұлттық стандарты ASTM D3828 -12a «Standard Test Method for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester» негізделген, авторлық құқығы PA 19428, АҚШ АСТМ Интернэшнл тиесілі. АСТМ Интернэшнл рұқсатымен қайта басылады. Ағылшын тілінен (en) аударылды.

Осы ұлттық стандартты дайындау үшін қолданылған шетелдік стандарттардың ресми даналары, олардың аудармалары және сілтемелер берілген шетелдік стандарттар Нормативтік техникалық құжаттардың бірыңғай мемлекеттік қорында бар.

Америка ұлттық стандартының ресми нұсқасында келтірілген жеке фразалар, терминдер мемлекеттік және орыс тілдерінің нормаларын сақтау мақсатында, сондай-ақ техникалық реттеудің мемлекеттік жүйесін құру ерекшеліктеріне байланысты өзгертілді немесе синоним сөздермен ауыстырылды.

Ұлттық (мемлекетаралық) стандарттардың сілтемелік шетелдік стандарттарға және шет мемлекеттің ұлттық стандартына сәйкестігі туралы мәліметтер Д.А қосымшасында берілген.

Сәйкестік дәрежесі – (IDT).

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕНДІЛІГІ**

2018 ЖЫЛ
5 ЖЫЛ

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық сілтемесіне, ал өзгерістер мен түзетулердің мәтіні ай сайын басып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесіне жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған (ауыстырылған) немесе жойылған жағдайда, тиісті хабарлама ай сайын шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесіне жарияланады

Осы стандарт Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Кіріспе

Тұтану температурасын анықтаудың аталған әдісі үлгіні температураның белгілі-бір деңгейі кезінде сынау үшін қолданылады, мұнда сыналатын үлгі және ауа-бу қоспалары температуралық балансқа жуықтатылған. ASTM D3941 стандартты әдісі аталған стандарттан өзгешеленетін жабдықты қамтиды. Тұтану температурасының мәні аспаптың құрастырылымына, оны пайдалану жағдайларына және қолданылатын анықтау әдісіне байланысты болады. Тұтану температурасын стандартты әдіс арқылы анықтауға болады, және ұсынылған әдістен өзгешеленетін басқа анықтау әдістерімен немесе басқа сынау жабдықтарымен сәйкестікке кепілдік берілмеген.

**ШАҒЫН ӨЛШЕМДЕГІ ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРАШТА ТҰТАНУ
ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСТЕРІ**

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт минус 30 °C бастап 300 °C дейінгі температура аралығында, шағын өлшемді жабық отбақырашты пайдаланып, мұнай өнімдері мен биодизель сұйық отындарының тұтану температурасын анықтау әдісін белгілейді. Аталған рәсім температураның белгілі бір деңгейінде тұтанудың болуын/болмауын анықтау үшін (А әдісі) немесе сыналатын үлгілердің тұтану температурасын анықтау үшін (Б әдісі) пайдаланылады. Аталған әдістер сондай-ақ тұтанудың электрондық-жылулық детекторымен бірлесіп пайдаланылған жағдайда, құрамында майлы қышқылдардың метил эфирінің көп мөлшері болатын биодизель отындарындағы тұтану температурасын анықтау үшін де қолайлы болады.

Осы стандарт бақыланатын зертханалық жағдайда материалдардың, өнімдердің немесе олардың құрамына кіретін құрауыштардың қыздырылуы және жануы кезінде олардың қасиеттерін анықтау және сипаттау үшін қолданылады, бірақ материалдар, өнімдер немесе олардың құрамына кіретін құрауыштар жанған немесе тұтанған кезінде қатер мен қауіпті бағалауды анықтау үшін қолданыла алмайды. Бірақ аталған әдіс бойынша сынау кезінде алынған нәтижелерді, тұтанудың пайда болу қаупін бағалау үшін пайдалануға болады, онда өнімді түпкі пайдалану кезінде қауіпті бағалауға қатысты факторлар ескеріледі.

Осы стандартты қолдануға байланысты барлық қауіпсіздік проблемаларын қарастыру, аталған стандарттың мақсаты болып саналмайды. Осы стандартты пайдаланушы техника қауіпсіздігін сақтауға, денсаулықты қорғауға жауапты болады және реттеуші шектеулерді пайдаланғанға дейін оларды қолданудың қажеттілігін анықтайды. Ерекше ескертулер стандарт мәтіні бойынша келтірілген.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты пайдалану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет. Күні көрсетілмеген сілтемелер үшін сілтемелік құжаттың соңғы басылымы қолданылады (оның барлық өзгерістерін қоса алғанда):

ASTM D3941 Test method for flashpoint by theequilibrium method with a closed-cupapparatus (Тұтану температурасын теңдік әдісімен жабық отбақырашпен анықтау әдісі).

ASTM D4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Мұнай және мұнай өнімдерінің сынамаларын қолмен іріктеу нұсқауы).

ASTM D4177 Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Мұнай және мұнай өнімдерінің сынамаларын автоматты іріктеу нұсқауы).

ASTM D6299 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Өлшеулердің талдамалық жүйесінің сипаттамаларын бағалау үшін сапаны және бақылау карталарын қамтамасыз етудің статистикалық әдістемелерін қолдану нұсқауы).

ASTM D6708 Practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of amaterial (Статистикалық бағалауды пайдаланудың және заттың ұқсастығын өлшеуге бағытталған сынау әдістерінің арасындағы болжалды сәйкестікті жақсартудың стандартты әдістемесі).

ASTM E300 Practice for sampling industrial chemicals (Өнеркәсіптік химиялық өнімдердің сынамаларын іріктеудің стандартты әдістемесі).

ASTM E1137/1137M specification for industrial platinum resistance thermometers (Өнеркәсіптік платиналы кедергі термометрінің айрықшалануы).

ISO Guide34 Quality systems guidelines for the production of reference materials (Анықтамалық материал өндірісіне арналған сапаны тексеруді нұсқау жүйесі).

ISO Guide 35 Certification of reference materials – General and statistical principles (Анықтамалық материалды сертификаттау. Жалпы және статистикалық принциптер).

EN ISO 3679 Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method (Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбақырашта тепе-теңдік жағдайда анықтаудың жеделдетілген әдісі).

EN ISO 3680 Determination of flash/no flash-rapid equilibrium closed cup method (Тұтанудың болуынын/болмауының температурасын анықтау. Жабық отбақырашта тепе-теңдік жағдайда анықтаудың жеделдетілген әдісі).

ISO 60751 Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors (Өнеркәсіптік платиналы кедергі термометрлері).

IP 523 Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method (Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбақырашта тепе-теңдік жағдайда анықтаудың жеделдетілген әдісі).

IP 524 Determination of flash/noflash - Rapid equilibrium closed cup method (Тұтанудың болуының/болмауының температурасын анықтау. Жабық отбақырашта тепе-теңдік жағдайда анықтаудың жеделдетілген әдісі).

3 Терминдер және анықтамалар

3.1 Анықтамалар:

3.1.1 Тепе-теңдік (equilibrium): Сынаманың сыналатын үлгісінің және оның булануының, тұтану көзін пайдаланған кезде бірдей температурада болатын күйі.

3.1.1.1 Түсініктеме (discussion): Тепе-теңдік жағдайына практика жүзінде қол жеткізу мүмкін емес, себебі үлгінің, қақпақтың және аспап ысырмасының температуралары, әдетте, әртүрлі болады.

3.1.2 Тұтану температурасы (flashpoint): 101,3 кПа (760 мм сын.бағ.) қысымға түзету енгізілген төменгі температура, ол кезде тұтандыру құрылғысын пайдалану сыналатын үлгі буларының тұтануын тудырады.

4 Әдістің мәні

4.1 А әдісі – Тұтанудың болуын/болмауын анықтау, мұнда сыналатын үлгіні, белгілі-бір температуралық режимді ұстайтын отбақырашқа шприцпен енгізеді. Тұтанудың болуын/болмауын анықтау тұтану көзін пайдаланғаннан кейін жүргізіледі.

4.2 Б әдісі – Тұтанудың түпкі температурасы –Аталған әдіс тұтану температурасын анықтайтын температура мен сыналатын үлгінің өзгеру мөлшерінен туындайтын қажетті рет А әдісін қайталауды білдіреді.

4.2.1 Сыналатын үлгіні, тұтанудың болжанатын температурасы ұсталатын отбақырашқа енгізу керек. Бұдан әрі тұтану көзін пайдалану қажет және тұтанудың бар екендігі туралы қорытынды жасау керек.

4.2.2 Сыналатын үлгі отбақыраштан шығарылады, отбақыраш және қақпақ жуылады, өлшенетін температура 5 °C шекте түзетіледі. Сынақ алдында, тұтанудың болуына қарай, температураны төмендетіп немесе жоғарылатқан жөн. Жанадан іріктелген үлгі отбақырашқа енгізіледі және сынақ жүргізіледі. Рәсім, тұтану температурасы 5 °C шегінде белгіленгенге дейін қайталанады.

4.2.3 Рәсім 1 °C аралығында, тұтану температурасы 1 °C дейінгі дәлдікпен анықталғанша қайталанады.

4.2.4 Аса дәл нәтижелерге қол жеткізу үшін рәсім $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ аралығында, тұтану температурасы $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ дейінгі дәлдікпен анықталғанша қайталанады.

4.3 Сынаудың ұзақтығы және үлгілер саны:

4.3.1 Биодизельді есепке алмағанда, температураның рұқсат етілетін деңгейі барлық өнімдер үшін $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ аспайтын дейгейде болатын тұтануға сынақ жүргізу үшін 1 мин уақыт қажет, онда үлгінің көлемі $0,002\text{ дм}^3$ құрауы қажет.

4.3.2 Биодизельді есепке алмағанда, температураның рұқсат етілетін деңгейі барлық өнімдер үшін $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ аспайтын дейгейде болатын, тұтануға сынақ жүргізу үшін 2 мин уақыт қажет, онда үлгінің көлемі $0,004\text{ дм}^3$ құрайды.

4.3.3 Биодизельді қоса есептегенде, кез-келген температура кезінде тұтануға сынақ жүргізу үшін кететін уақыт 1 минутты құрайды, үлгінің көлемі $0,002\text{ дм}^3$.

5 Мәні және қолданылуы

5.1 Тұтану температурасы зертхана жағдайында сыналатын үлгінің қызуға және тұтану көзіне реакциясын өлшейді.

5.2 Тұтану температурасы туралы мәліметтер тұтанатын және жарылғыш заттарды анықтау және жіктеу үшін қауіпсіздік және тасымалдау ережелерінде қолданылады. Өнімнің жанғыштықтың белгілі-бір тобына қатынасын тиісті құжаттардан табуға болады.

5.3 Тұтану температурасы, салыстырмалы түрде ұшпалы емес немесе тұтанғыш емес өнімде, жоғары ұшпалы және тұтанғыш құрауыштардың көрсеткіші болып табылады.

5.4 Стандартты әдіспен салыстырғанда, анықтаудың аталған әдісі үлгінің аз мөлшеріне ($0,002\text{ дм}^3$ бастап $0,004\text{ дм}^3$ дейін) және сынаудың аз уақытына ие (1 минуттан бастап 2 минутқа дейін).

5.5 А әдісі, IP 524 және EN ISO 3680 әдісі тұтану температурасы бойынша/тұтанудың болмауы бойынша ұқсас болып табылады. Б әдістері, IP 523 және EN ISO 3679 әдісі тұтану температурасын анықтау бойынша ұқсас болап саналады.

6 Өлшеу құралдары және қосалқы жабдықтар

6.1 Отбақыраш және қакпақ – аспаптың негізгі өлшемдері жәнетехникалық шарттары А.1.1 суретінде және А.1.1 кестесінде көрсетілген. Аспап пен оның толымдаушылары А1 қосымшасында толық сипатталған. Температуралық ауқым минус $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ бастап $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ дейінгі аралықта болады. Кейбір аспаптар толық температуралық ауқымды қамтымауы мүмкін.

6.2 Барометр 0,5 кПа дейінгі дәлдікпен градуирленуі қажет. Климаттық станцияларда немесе әуежайларда пайдаланылатын барометрлерден басқалары.

6.3 Қорғануға арналған экран – экран аспаптың артқы бөлігінің екі жағында орналасуы қажет, экран басқа қорғаныс болмаған жағдайда қолданылады.

7 Реактивтер және материалдар

7.1 Тазалағыш еріткіш – сынау тигелін және қақпағын тазалауға қабілетті корродирлемейтін затты пайдалануға рұқсат етіледі. Еріткіш ретінде пайдалануда ең кең тарағаны толуол және ацетон болып саналады. (Назар аударыңыз – толуол, ацетон және басқа еріткіштер жеңіл тұтанатын және денсаулыққа қауіпті).

7.2 Бутан, пропан және табиғи газ – жалын көздері ретінде қолданылады. (Назар аударыңыз – Бутан, пропан және табиғи газ жеңіл тұтанатын және денсаулыққа қауіпті).

8 Сынамаларды іріктеу

8.1 Әр сынаққа арналған үлгінің көлемі 0,05 дм³ кем болмауы қажет. Үлгілерді ASTM D4057, ASTM D4177, ASTM E300 талаптарына сәйкес іріктейді.

8.2 Үлгілер таза, қымтақ контейнерлерде, бөлме температурасы (20 °C бастап 25 °C дейін) болғанда немесе одан төмен болған кезде сақталуы қажет.

8.3 Қымтақ емес контейнерлерде болатын сынамалар сынаулар кезінде анық нәтижелер көрсетпейді. Сынамаларды газ өткізетін материалдардан жасалған контейнерлерде сақтауға рұқсат етілмейді, себебі жеңіл ұшатын өнімдер корпус қабырғаларынан шашырап кетуі мүмкін.

8.4 Тұтану температурасының аса жоғары мәндері сақтық шараларын сақтамаған кезде пайда болады, ол өз кезегінде ұшпа өнімдердің жоғалуына әкеледі. Ұшпа өнімдердің жоғалуының және ылғал түсуінің алдын алу мақсатында контейнерді ашпаған жөн. Үлгінің орын ауысуын, үлгі температурасы тұтанудың болжамдық температурасынан 10 °C-қа төмен шамадан кем болмағанынша жүзеге асырмаған жөн.

8.5 Сынама құрамындағы ерітінді немесе су хлорлы кальциймен кептіріледі. (Назар аударыңыз – егер сынама құрамында ұшпа құрауыштар болса, 8.5 қатысты сипаттамаларды жою қажет).

8.6 Үлгі температурасы айтарлықтай төмен болуы қажет немесе үлгіні ашу немесе шығару алдында тұтану температурасынан кем дегенде 10 °C-қа төмен болып түзетілуі қажет. Егер аликвоталы сынама сынақ алдында

ҚР СТ ASTM D3828–2013

сақтауда болса, контейнердің, оның сыйымдылығының 85-95 % толғандығына көз жеткізу керек.

1 ЕСКЕРТПЕ Егер сынама көлемі оның сыйымдылығынан 50 % төмен болса, алынған нәтиже өзгереді.

8.7 Сұйықтық жағдайында, сыналатын үлгіні шығармас бұрын, ұшпа құрауыштардың ысырабын болдырмай сынамаларды араластыру қажет. Егер бөлме температурасында сынама қоюланған күйде болса, оны тұтану температурасынан 10 °С аспайтын температураға дейін қыздырған жөн, мұндай үлгі шайқаумен араластырылуы мүмкін. Контейнерде қыздыру салдарынан жоғары қысымның жоқтығына көз жеткізген жөн.

8.8 Егер үлгіні қыздыру кезінде саңылау арқылы отбақырашқа енгізу үшін айтарлықтай сұйық түрде алу мүмкін болмаса (8.7 қараңыз), онда тығыз мөлшерлеуіштің немесе зертханалық күрекшенің көмегімен қақпақ ашық кезінде сыналатын үлгінің орнын ауыстырған жөн. Үлгі қажетті көлемге сәйкес келуі қажет, сондай-ақ сынама отбақыраш түбінде мүмкіндігінше тегіс болып жайылуы қажет.

9 Аспапты дайындау

9.1 Аспапты тегіс орнықты бетте бекітеді. Егер сынақты ауа қозғалысы елеулі болатын орында жүргізсе, аспапты үш жағынан қорғауға арналған экранмен қоршайды (6.3 қараңыз). Ауа мен буланудың болуын, тұтану көзін қолданған кезде отбақыраштың маңында жоюға болатындығына көз жеткізбей тұрып, зертханалық сору шкафында жүргізілген сынауларға сенуге болмайды.

9.2 Аспапты қауіпсіз пайдалану үшін, пайдалану жөніндегі нұсқаулықпен танысу қажет.

9.3 Аспапты пайдалануға дайындық калибрлеу, тексеру әдістерін сипаттау және жабдықты пайдалану бойынша нұсқаулыққа сәйкес жүргізіледі, тұтану көзін пайдалануға ерекше назар аударған жөн. (Назар аударыңыз – Тестіленетін жалынның дұрыс қойылмаған өлшемі немесе электрмен тұтандырудың дұрыс жасалмауы, сынау нәтижелеріне айтарлықтай әсер етуі мүмкін).

9.4 Сыналатын отбақырашты, қақпақты және толымдаушы бөлшектерді лайық ерітіндімен тазалау қажет. Барлық құрамдас бөліктерді абсорбциялаушы қағазбен құрғақтай етіп сүрткен жөн. Ерітінді қалдықтары құрғақ, таза ауа ағынымен жойылуы мүмкін. Түтік тазалағышты толтырушы саңылауды тазалау үшін пайдалануға болады.

9.5 Сынақ басталмас бұрын барометрлік қысымды (6.2) есептеп, жазып алу қажет.

9.6 Майлы қышқылдардың метил эфирлері (FAME) сияқты биоотындардағы тұтану температурасын анықтау үшін тұтану детекторы пайдаланылады. А.1.7 қосымшасын қараңыз. Тұтану детекторын сондай-ақ басқа да сыналатын материалдар үшін пайдалануға болады.

9.7 Сыналатын отбақыраштың кіріктіріме салқындату жүйесі аспапта бар болған жағдайларды есепке алмағанда, егер тұтану температурасы бөлме температурасынан төмен болса, А.4 қосымшасын қараңыз.

10 Аспапты калибрлеу

10.1 Пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа сәйкес температуралық өлшеу аспабындағы көрсеткіштерді жылына кем дегенде бір рет калибрлеу және дәлдеу (А.1.4, А5 қараңыз).

10.2 Аспаптың жұмыс істеуін жылына кем дегенде бір рет, стандарттық үлгілердің тұтану температурасын анықтау арқылы тексереді (А2 қараңыз). Стандарттық үлгілердің тұтану температураларының мәндері сыналатын үлгілердің тұтану температурасының жорамалды аралығының мәндеріне жақын болады. Стандарттық үлгілерді Б әдісі бойынша сынайды (12 тарауды қараңыз). 12.8, 12.9 алынған тұтану температурасының тіркелген мәндері, барометрлік қысымға түзетумен болуы қажет (13 тарауды қараңыз). Тұтану температурасының алынған мәндері А2.1 кестесінде белгіленген шектерде болуы қажет. Стандарттық үлгілерге арналған тұтану температурасының мәндері А2 келтірілген.

10.3 Калибрлеуден кейін, аспаптың жұмыс істеуі, қайталама жұмыс қоспаларының тұтану температурасы (SWS), олардың шекті бақылау мәндеріне сәйкес анықталуы мүмкін. Қайталама жұмыс қоспаларын келесі калибрлеуде пайдалануға болады (А.2 қараңыз).

10.4 Егер алынған тұтану температуралары 10.2, 10.3 көрсетілген мәндер аралығына келмесе, аспаптың А.1 қосымшасында келтірілген талаптарға сәйкес келуі мақсатында, оның күйі мен жұмысын тексерген жөн. Бірінші кезекте қақпақтың қымтақтығын (А.1.3 қараңыз), ысырма жұмысын, тұтану көзінің қарқындылығын, тұтандырғыш құрылғысының орналасу қалыптарын, тұтану детекторының жұмысын (болған жағдайда) және температуралық өлшегіштің көрсетулерін тексерген жөн. Кез-келген реттеуді жүргізгеннен кейін 10.2, 10.3 келтірілген сынауды қайталау қажет. Жаңа сыналатын үлгіні пайдалану қажет және аталған сынау әдісінің барлық талаптарын орындау керек.

А әдісі – Тұтанудың болатындығын/болмайтындығын сынау

11 Сынауды жүргізу

11.1 Тұтанудың болатындығын/болмайтындығын сынауды, сынау жүргізу кезінде, сыртқы атмосфералық қысым себептері бойынша түзетуге келетін температура кезінде жүргізеді. Тұтану температурасының талаптарын 0,5 °C дейінгі дәлдікпен өзгерту үшін, қажетті нақты сынау температурасына алгебралық формуланы пайдаланады.

Сынаудың нақты температурасы, $C = S_c 0,25 (101,3 A)$ (1)

Сынаудың нақты температурасы, $C = S_c 0,03 (760 B)$ (2)

Мұнда S_c - белгілену, немесе сынаудың түзетілмеген мақсатты температурасы, °C,

B - сыртқы биометриялық қысым, мм сын.бағ.

A - сыртқы биометриялық қысым, кПа.

11.2 Отбақырашпен қаппакты тазалық дәрежесіне және дұрыс жұмыс істеуіне тексеру кезінде, қаппактың қымтақтығына (А 1.2.1 қараңыз), ысырма жұмысына, тұтану көзінің қарқындылығына және тұтану көзінің орналасуына (А. 1.3 қараңыз) аса назар аударады. Тазалауды жүргізеді, қажет болған жағдайда қаппакты орнатады және нық жабады (9.3 қараңыз).

11.3 Температура мен сынақ уақытын, пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа сәйкес белгілейді, сыналатын үлгінің көлемін 1-кестеге сәйкес белгілейді.

11.4 Отбақыраш сынақ температурасында болғанда, үлгіні А1.5, А1.6 сәйкес шприцке толтырады, содан кейін сынама ысырабын болдырмас үшін сақтықпен, толтырылатын саңылауға орналастырады, сыналатын үлгіні отбақырашқа шприцті толығымен сығымдап енгізеді, шприцті рәсімнен кейін алып қояды.

11.5 Таймерді қосады, жанарғыны жағады және жалынды диаметрі 5 мм дейін болатындай етіп реттейді.

11.6 Сынаудың аяқталу уақытын анықтағаннан кейін, тұтану көзін қосқан жөн. Ысырманы 2,5 с бойы ақырын және біркелкі ашу және жабу қажет. Егер тұтану детекторы сынау кезінде қолданылмаса, ашық отбақыраш кезінде тұтанудың болуын мұқият қадағалаған жөн.

11.6.1 Сыналатын үлгі, қатты жалын пайда болған кезде және оның сыналатын үлгінің үстінен қарқынды тарап жатқан кезінде, тұтанудың бар екендігі туралы сигнал береді. Тұтану температурасын анықтаудың дәл алдында, газды тұтану көзі ретінде пайдалану, ауқымды тұтануға әкелуі мүмкін, ол тұтану болып саналмайды және еленбеуі қажет.

1 кесте – Сынақ шарттары

Сынама	Сынақ температурасы, °C	Үлгінің көлемі, дм³	Сынақ уақыты, мин
Барлығы, биодизельді қоспағанда	≤ 100 °C	0,002	1
Барлығы, биодизельді қоспағанда	> 100 °C	0,004	2
Биодизель	≤ 300 °C	0,002	1

11.7 Тұтанудың болатындығының/болмайтындығының нәтижелерін және жүргізілетін сынақ температурасын тіркейді.

11.8 Жанарғыны және жалынды өшіреді. Сыналатын үлгіні алып қояды, отбақырашты және қақпақты тазартады. Қауіпсіздік мақсатында, отбақырашты тазаламас бұрын, оның салқындауын күту қажет.

Б әдісі – тұтану температурасын анықтау

12 Сынақты жүргізу

12.1 Аталған рәсім А әдісіндегі рәсімді (11.3-11.8) белгілі ретпен қайталайды. Әр сынауда жаңа үлгіні және температураның әртүрлі деңгейін пайдалану қажет. Температураның өзгерулері, төменгі температура кезінде тұтанудың болмайтындығына және жоғары температурада пайда болатындығына қарамастан, температураның екі деңгейін 1 °C немесе 0,5 °C анықтауға мүмкіндік береді.

12.1.1 Үлгі тұтануының болжамдық температурасын, сынаудың бастапқы температурасы ретінде таңдайды және 11.3-11.8 көрсетілген рәсімдерді қолданады.

12.1.2 Тұтану бар болғанда 11.3-11.8 ұсынылған рәсімді, температура алдыңғы әрекеттен 5 °C төмен болған кезде қайталайды және оны тұтану пайда болғанша 5 °C аралықпен көтереді.

12.1.2.1 (12.6 қараңыз).

12.1.3 Тұтану болмағанда 11.3-11.8 сәйкес рәсімді, температура алдыңғы әрекеттен 5 °C жоғары болған кезде қайталайды және оны тұтану пайда болғанша 5 °C аралықпен көтереді.

12.1.4 Тұтануларды 5 °C температураның екі деңгейімен жеке-жеке алғаннан кейін, рәсімді 1 °C аралықтармен, таңдалған екеудің ең төменгісінен бастап, тұтану пайда болғанға дейін қайталау қажет.

12.1.5 Кез-келген белгілі термометрлік түзетулерге ерік беріп, алынған тұтану температурасын жазып алу.

12.1.6 12.4 алынған тұтану температурасы 1 °C дейінгі дәлдікте болады.

12.1.6.1 Аса дәл нәтижелерге қол жеткізу үшін (0,5 °C дейінгі дәлдіктегі), сынауды 12.1.4 алынған тұтану температурасынан 0,5 °C төмен температура кезінде жүргізген жөн. Тұтану болмаған кезде, 12.1.4 алынған температура 0,5 °C дейінгі дәлдіктегі тұтану температурасы болып саналады. Егер тұтану 12.1.6 тармақшасындағы аса төмен температура кезінде анықталған болса, онда алынған тұтану температурасын жазған жөн.

12.1.7 Сынақ аяқталған соң жанарғы мен жалынды өшіреді. Отбақыраш температурасы қауіпсіз деңгейге дейін төмендегенде, сыналатын үлігін алып қойып, отбақырашты және қақпақты тазалау қажет.

13 Есептеулер

13.1 1-2 формуласы бойынша барометрлік қысымның әсерін түзету кезінде (11.1 қараңыз), одан әрі есептеулер қажет болмайды.

13.2 Сынау алдында барометрлік қысым әсерін түзету болмаған кезде, сынаудың дұрыс температурасын анықтау үшін 4-5 формуласы қажет болады.

$$\text{Сынаудың дұрыс температурасы (°C)} = C + 0,25 (101,3 - A) \quad (4)$$

$$\text{Сынаудың дұрыс температурасы (°C)} = C + 0,03(760 - B) \quad (5)$$

мұнда C – Сынаудың нақты температурасы, °C

A – сыртқы барометрлік қысым, кПа

B – сыртқы барометрлік қысым, мм сын. бағ.

13.3 Б әдісі – егер сыртқы барометрлік қысым (9.5 қараңыз) 101,3 кПа (760 мм сын. бағ.) сәйкес келмесе, тұтану температурасын келесі әдіспен түзетеді:

$$\text{Тұтанудың дұрыс температурасы: (°C)} = C + 0,25(101,3 - A) \quad (7)$$

$$\text{Тұтанудың дұрыс температурасы: (°C)} = C + 0,03(760 - A) \quad (8)$$

мұнда: C - Тұтанудың белгіленген температурасы, °C

A – сыртқы барометрлік қысым, кПа

B –сыртқы барометрлік қысым, мм сын. бағ.

14 Сынақ хаттамасы

14.1 Сынақ хаттамасында 0,5 °C дейінгі дәлдіктегі температура кезінде тұтанудың болғандығы/болмағандығы көрсетіледі, сондай-ақ қолданылған А әдісі көрсетіледі.

14.2 Сынақ хаттамасында 0,5 °C дейінгі дәлдіктегі тұтану температурасы көрсетіледі, сондай-ақ қолданылған Б әдісі көрсетіледі.

14.3 Сынақ хаттамасында сыналатын материалдардың белгіленуін, сынақ күнін және белгіленген рәсімдерден кез келген ауытқуларды көрсетеді.

15 Әдістің дәлдігі және ауытқуы

15.1 Б рәсімінің дәлдігі 15.1.1, 15.1.2 және 2-кестеде көрсетілген статистикалық зертханалық зерттеулермен анықталады. А.3 қосымшасында май қышқылының метил эфирінің (FAME) анықтамасы қамтылған.

15.1.1 Жинақтылық - бір оператордың бір жабдықта бірдей жағдайда бірдей сынау өнімімен ұзақ уақыт бойы жұмыс істеген кезінде алынған, сынаудың екі нәтижесінің арасындағы қайшылық. Сынау әдісін дұрыс орындаған кезде, жиырма жағдайдың тек біреуінде ғана сынақ мәндерінің айырмашылықтары мүмкін болады. Мысалы, 2-кестедегі нақтылау; рұқсат етілген ауқым 20 °C бастап 210 °C дейін.

$$r = 0,01520(x+110) \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (1)$$

мұнда x - екі нәтиженің орташа мәні

15.1.2 Қайталанғыштық- Әртүрлі операторлардың әртүрлі зертханаларда бірдей сыналатын өніммен, сынау әдісін дұрыс орындап, ұзақ уақыт бойы жұмыс істеу кезінде алынған, екі жеке және тәуелсіз нәтижелер арасындағы айырмашылық, тек жиырма жағдайдың біреуінде ғана келесі мәннен артық болуы мүмкін. Жинақтылық мысалы үшін 2-кестені қараңыз; мұнда рұқсат етілген температура аралығы 20 °C бастап 210 °C дейін болады.

$$R = 0,02561(x+110) \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (2)$$

мұнда x - екі нәтиженің орташа мәні

15.2 Ауытқу – Осы стандарт әдісінен ауытқуды анықтау мүмкін емес, себебі тұтану температурасын тек аталған әдіс жағдайында ғана анықтауға болады.

15.2.1 Салыстырмалы ауытқу – ауытқуды салыстырмалы бағалау ASTM D 6708 сәйкес (газды немесе электрмен тұтандыруды пайдаланатын

ҚР СТ ASTM D3828–2013

аспаптардың әдістемесі) жүзеге асырылды. Статистикалық бағалау қорытындысы шын мәнінде салыстырмалы ауытқуды көрсетеді. Дәлдік, 15.1.1, 15.1.2 көрсетілгендей, газдың және электрмен тұтандырудың үйлесітігін көрсетеді. Кез-келген қайшылық жағдайында, газбен тұтандыру эталон болып саналады.

15.3 ILS дәлдігі – Он тоғыз зертхана, он бір газдық және сегіз электрондық тұтатушылар, аралықы 20 °C бастап 210 °C дейін болатын тұтану температурасы кезінде, көп мөлшердегі отын мен ұқсас өнімдердің он бес сынамасына талдау жүргізді. Зерттеу туралы толық ақпарат зерттеу хаттамасында қамтылған.

2 ЕСКЕРТПЕ үш стандарт ASTM 02.08.B0 TGD3828. Редакциялық өзгертулер ELSC-B4 Тұтанғыштық және ISOTC28 WG9 GWJ Тұтану температурасын сынау әдісі, D3828, IP523 және ENISO 3679 редакциялық өзгертулері енгізілді, ILS-ң зерттеу хаттамасында көрсетілген тәртіпте орналастарылған, соның ішінде ILS нәтижелері, газ бен электр ақпараттарының үйлесімділігі, жүргізілетін сынақтың қажетті дәлдігін алу үшін ұсынылатындығы туралы барлық үш дереккөз үйлестіріледі.

2 кесте – Отынның және басқа ұқсас өнімдердің есептелген жинақтылығы және қайталанғыштығы

Температура, °C	20	40	60	80	10	12	14	16	18	200	220
Жинақтылық, °C	2,0	2,3	2,6	2,9	3,2	3,5	3,8	4,1	4,4	4,7	4,9
Қайталанғыштық, °C	3,3	3,8	4,4	4,9	5,4	5,9	6,4	6,9	7,4	7,9	8,2

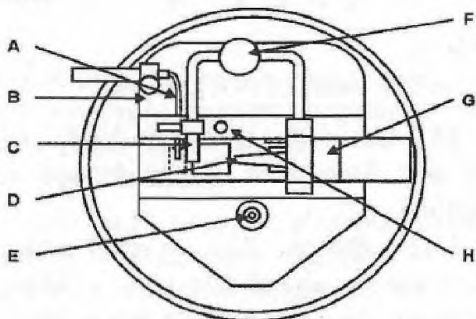
Қосымшалар (міндетті)

A1 Тұтану температурасын анықтауға арналған аспап

A1.1 Тұтану температурасын анықтауға арналған аспап, A1.1 сурет және A1.1 кестесі.

A1.2 Отбақыраш, алюминий немесе үстіне қақпақ бекітілген, цилиндрлі ойысы бар коррозияға берік жылу өткізгіш дайындама негізіндегі қорытпадан тұрады. Температураны өлшеу құралы дайындама ішінде орналасады.

A1.2.1 Қақпақ ашылатын ысырмадан және ысырма ашық тұрған кезде, сыналатын отбақырашқа тұтану көзін енгізуге қабілетті құрылғыдан тұрады. Тұтану көзі ортаңғы жағымен қақпақтың төменгі панелін кесіп өтуі қажет. Қақпаққа сондай-ақ, сыналатын сынаманы енгізу үшін қолданылатын, қуысқа дейін жететін ұзартылған саңылау кіреді, саңылау қақпақтың дайындамаға берік бекітілуі үшін қысқыш құрал ретінде қолданылады. Қақпақтағы үш саңылау қуыс диаметрі бойынша орналасуы қажет. Егер ысырма ашық болған жағдайда болса, ысырмадағы екі саңылау қақпақтағы сәйкес екі саңылаумен үйлесуі қажет.



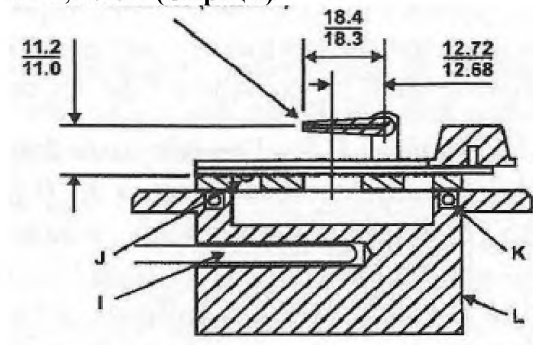
- A–тұтану детекторы
- B -төсем
- C -тұтандырғыш жанарғының саптамасы
- D-оттық сопло
- E-құятын саңылау
- F -газ жалынының реттеуші винті
- G -ысырма
- H-жалынды өлшегіш
- I-термометр
- J -тұтану детекторының орталықтандырғыш ойығы
- K – нығыздаушы сақина тәріздес қақпақ
- L-сыналатын отбақыраш блогы
- M- термобергішке арналған ұя

A1.1 сурет Отбақыраш және қақпақ

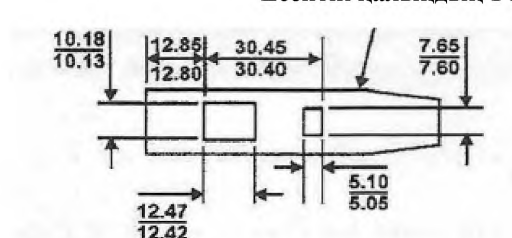
Сыналатын соплоны ойып өңдеу

0 = 1,65/1.60 (Ішкі)

0 = 2,60/2.20 (Сыртқы)

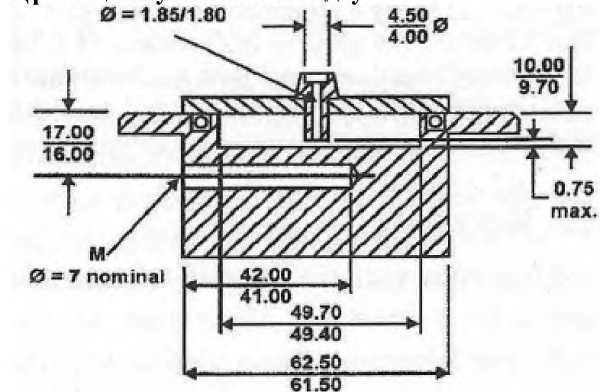


Есептік қалыңдық 1 мм



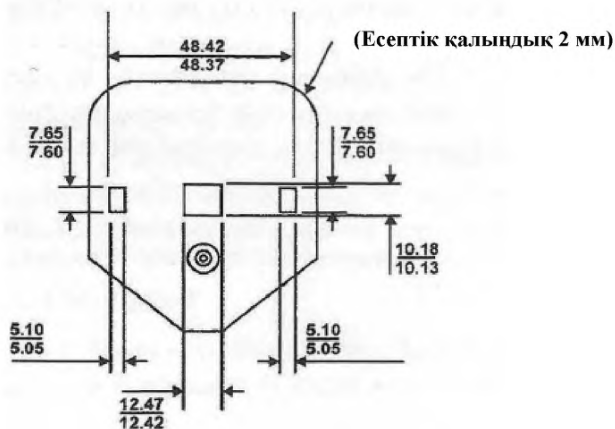
Ысырма

Құю саңылауын жонып өңдеу



Сыналатын отбақыраш және қақпақ

А1.1 суреті (жалғасы)



Төсем

1-ЕСКЕРТУ Көрсетілген өлшемдер миллиметрмен алынған.

A1.1 суреті (жалғасы)

A.1.1 кестесі – Тұтану температурасын анықтау аспабының қажетті өлшемдері^{A,B}

	ММ
Сыналатын үлгінің блогы:	
Блок диаметрі	61,5-62,5
Сыналатын үлгі қуысының диаметрі	49,40-49,70
Сыналатын үлгі қуысының тереңдігі	9,70-10,00
Термометр саңылауының ортасындағы блоктың қақпағы	16,00-17,00
Термометр саңылауының диаметрі	≈ 7,00
Қақпақ:	
Саңылаудың үлкен ұзындығы	12,42-12,47
Саңылаудың үлкен ені	10,13-10,18
Саңылаудың кішкентай ұзындығы	5,05- 5,10
Саңылаудың кішкентай ені	7,60-7,65
Кішкентай саңылаулардың соңғы призмаларының арасындағы дистанция	48,37- 48,42
Қуы саңылауының диаметрі	4,00-4,50
Суармалы келте құбырды жонып өңдеу	1,80-1,85

А.1.1 кесте (жалғасы)

Қақпақ жабық кезде, суармалы келте құбырдың қуыс базасынан ең жоғары дистанциясы	max 0,75
Ысырма:	
Саңылаудың үлкен ұзындығы	12,42-12,47
Саңылаудың үлкен ені	10,13-10,18
Саңылаудың кішкентай ұзындығы	5,05-5,10
Саңылаудың кішкентай ені	7,60-7,65
Үлкен саңылаудың ысырманың соңына қарай жақын шегі	12,80-12,85
Үлкен және кішкентай саңылаулардың шегі:	30,40- 30,4 5
Сопло: жабық қуыс ,тұмсықша	
Соплоның ұзындығы	18,30-18,40
Сопло соңының шекті диаметрі	2,20-2,60
Сопло саңылауы	1,60-1,65
Соплоцентінің қақпақ бетінің үстіндегі биіктігі	11,00-11,20
Қақпақ жабық кездегі блок ортасындағы соплолы өзек	12,68-12,72

^АСақина тәрізді нығыздаушы немесе оқшаулаушы, сыналатын температураға және сыналатын материалға берік болатын, жылуға берік материалдан жасалған қақпақтың жабық кезінде тығыздауды жасайды.

^ВТемператураны өлшеуге арналған аспаптың, сыналатын отбақыраш блогымен термиялық байланысы болуы қажет.

А1.2.2 Электр қыздырғышы отбақырашқа жылуды тиімді таратуды қамтамасыз ету тәсілімен бекітіледі. Жүргізілетін сынау температурасын қыздырғыш бақылайды. Температураны, 100 °С аспайтын температура кезіндегі сынаулар үшін $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ шегінде және 100 °С жоғары температура кезіндегі сынаулар үшін $\pm 2,0^{\circ}\text{C}$ шегінде ауа қозғалысы жоқ орында, термометрдің көмегімен өлшейді. Отбақырашты Пельте эффектісінің аспаптарымен салқындатады, сыртқы криостатты немесе салқындатқыш кірістірмені А4 қосымшасына сәйкес салқындатады.

А1.3 Жалын және жанарғы тұтанудың болуына сынау үшін отбақыраштың ішінде орнатылады, жанарғы жалынды ұстап тұру үшін қажет. Тұтану көзінің соплосы қақпақтың төменгі панелін кесіп өтеді. Жалынның пайда болуы отынның құйылуымен ынтагерленеді, бутан немесе пропан қолданылады, сондай-ақ ішінде бутан немесе пропан бар кіріктіріме бак пайдаланылуы мүмкін (Назар аударыңыз – автономдық газ бағын жоғары температурада, қосылған жанарғы кезінде және басқа тұтану көздері маңында шамадан тыс толтырмаған жөн). Диаметрі 4 мм конустық сақина қақпақтың үстінде, жалын маңында болады, ол жалынның біркелкі болуына мүмкіндік береді. Электронды тұтандырғыш батырудың қолайлы

механизмімен және қақпақпен бірлесіп сондай-ақ жалын көзі үшін қолданылады (А.1.10 қараңыз), бірақсалыстырмалы дәлдік пен қайталанғыштықтың талдануы электрондық және газдық тұтандырғыштар арасында жүргізілген жоқ. Электронды тұтандырғыш электрмен қыздыратын (қызатын сым) болуы қажет, қыздырылған аумақ горизонтальды болуы қажет және қақпақтың ішкі панелін кесіп өтуі керек. Тұтандырғыштың дұрыс жұмысын қамтамасыз ету үшін пайдалану жөніндегі нұсқаулықты қолдану қажет. Кез-келген қайшылықтар болған жағдайда, газ тұтандырғышын пайдалану дұрысырақ болып саналады.

А1.4 Акустикалық сигнал, тұтану көзінің отбақырашқа бату дәрежесін анықтау үшін қажет.

А1.5 Шприц, үлгіні отбақырашқа енгізу үшін сәйкес сопломен жабдықталған, шприц $(0,002 \pm 0,00005)$ дм³ сығып шығарады. Аталған шприц $0,004$ дм³ тең болатын үлгіні сынау кезінде екі рет қолданылады.

А1.6 Шприц, үлгіні отбақырашқа енгізу үшін сәйкес сопломен жабдықталған шприц $(0,004 \pm 0,0001)$ дм³ сығып шығарады.

А1.7 Тұтану детекторы (қосымша), тұтану температурасын анықтайтын, массасы төмен термокапсула болып саналады. Тұтану температура 100 мс ішінде 6°C жеткен жағдайда анықталады.

А1.8 Уақытты санауға арналған аспап – электрондық таймер.

А1.9 Температураны өлшеу аспабы $0,5^\circ\text{C}$ асатын, тіпті 100°C дейін жететін дәлдіктегі сұйықтықтық термометр немесе температураны электрондық өлшегіш, температураның аса жоғары деңгейінде дәлдік $2,0^\circ\text{C}$ шегінде сақталады.

А1.10 Электрондық тұтандыру экраны - тұтану көзін тосқауылдайтын металдан жасалған экран. Электрондық тұтандыруды пайдаланғанда ғана қолданылады.

А2. Аспаптың жұмыс істеуін тексеру

А2.1 Стандарттық үлгі (CRM) – ол тазалық дәрежесі 99 мольдік үлестен кем болмайтын қаныққан көмірсутегі, немесе ASTM немесе ISO Guide 34 және 35 талаптарына сәйкес зертханааралық зерттеулер кезінде анықталған, тұтану температурасы белгіленген басқа тұрақты мұнай өнімі.

А2.1.1 Кейбір стандарттық үлгілер үшін тұтану температурасының барометрлік қысымға түзетілген мәндері және сол мәндердің шекті ауытқулары А2.1 кестесінде келтірілген (А2.2 қосымшасын қараңыз). Стандарттық үлгілердің тұтану температурасы туралы ұсынылған ақпарат сертификатталады, сондай-ақ тұтанудың болатындығына жүргізілетін сынаулар әдісі көрсетіледі. Басқа стандарттық үлгілер үшін шекті ауытқуларды аталған әдістің қайталанғыштығының мәні көмегімен анықтайды, содан кейін $0,7$ көбейтеді.

ҚР СТ ASTM D3828–2013

A2.1 ЕСКЕРТПЕСІ A2.1 келтірілген тұтану температурасын анықтау бойынша зертханааралық зерттеулер туралы қосымша ақпаратты зерттеу хаттамасының есебінен табуға болады.

A2.2 ЕСКЕРТПЕСІ A2.1 келтірілген өнімдер, олардың тазалық дәрежесі, тұтану температурасының мәндері және температураның шекті ауытқулары, зертханааралық зерттеулер бағдарламасы бұйынша жүргізілген зерттеулер нәтижесінде, оларды тұтану температурасын анықтау әдісінде, бақылау сұйықтығы ретінде пайдалану жарамдығын анықтау мақсатында алынды. Басқа тазалық дәрежесіндегі және тұтану температурасындағы және шекті ауытқулардағы өнімдер, егер олар ASTM D 6300 (бұрын қолданыста болған RR:D02-1007 орнына) немесе ISO Guide 34 және ISO Guide 35 талаптарына сәйкес дайындалған болса, сондай-ақ осы мақсаттарға жарамды болуы мүмкін. Бұл өнімдерді пайдаланар алдында жеткізілетін өнімнің сертификатымен мұқият танысқан жөн, себебі тұтану температурасының мәні СО құрамына айтарлықтай байланысты болады.

A2.2 Қайталама жұмыс қоспасы (SWS) – Ол тазалық дәрежесі 99 мольдік үлестен кем болмайтын қаныққан көмірсутегі, немесе құрамы белгілі және тұрақты деп есептеуге болатын басқа тұрақты мұнай өнімі.

A2.2.1 Тұтану температурасының орташа мәнін және қайталама жұмыс қоспасының шекті ауытқуларын (3σ) стандарттық статистикалық әдістерді қолданып анықтайды.

A2.1 кестесі – Тұтану температурасына тән мәндер және рұқсат етілетін дәлсіздіктер (жеке нәтиже үшін рұқсат етілетін шекті ауытқулар)

1-ЕСКЕРТПЕ Рұқсат етілетін аралық, айкындық дәрежесі 95 % болатын рұқсат етілетін 99 % қамтуды көрсетеді.

Зат	Тұтану температурасы, °C	Дәлсіздік, °C
2- Бутанол ^{a)}	20,7	±2,3
П-ксилол (1,4 – Диэтилбензол ^{a)})	26,1	±2,4
Н-Бутанол ^{a)}	36,5	±2,6
Декан ^{b)}	49,7	±2,9
Ундекан ^{b)}	65,9	±3,2
Диэтиленгликоль ^{a)}	142,2	±4,5

^{a)}Зертханааралық сынаулар бағдарламасы IP523/10 бойынша зерттеу нәтижесінде алынған орташа мәндер.

^{b)}Зертханааралық сынаулар бағдарламасы RR:S15-1010 бойынша зерттеу нәтижесінде алынған орташа мәндер

А3. Майлы қышқылдардың метил эфирін өлшеу дәлдігі (FAME)

А 3.1 Бастапқы ақпарат

А 3.1.1 Әділеттілік шегінде, жалпы еуропалық зертханааралық бақылау EN ISO 3679 анықтау әдісіне сәйкес жүзеге асырылды. Аталған бақылауға он зертхана кірді, оларда он бақылау үлгілері тестіленді (әр үлгі үшін жиырма контейнер). Майлы қышқылдардың метил эфирінің екі типі пайдаланылды (FAME): рапс тұқымдары және күнбағыс тұқымдары. Әр үлгі метанолдың 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 %-мен бүлінді (контаминацияланды).

А3.2 Эквиваленттік

А3.2.1 EN ISO 3679 (IP S23) әдісі және тұтанудың болуын/болмауын анықтаудың байланысатын EN ISO 3680 (IP S24) әдісі ASTM D3828 анықтау әдісіне эквивалентті және ұқсас рәсімдерді, аспаптарды және дәлдіктің болуын қамтиды.

А3.3 Дәлдік және әдістің ауытқуы

А3.3.1 Дәлдік және ауытқулар – аталған әдістің дәлдік дәрежесі зертханааралық статистикалық нәтижелермен келесі түрде анықталды:

А3.3.1.1 Жинақтылық - бір оператордың бір жабдықта бірдей жағдайда бірдей сынау өнімімен ұзақ уақыт бойы жұмыс істегенде, сынау әдісін дұрыс орындаған кезде алынған, сынаудың екі нәтижесінің арасындағы қайшылық, мұнда жиырма жағдайдың тек біреуінде ғана сынақ мәндерінің айырмашылықтары болуы мүмкін (2-кестені қараңыз).

$$\text{Жинақтылық} = 1,9^{\circ}\text{C} \quad (1)$$

А3.3.1.2 Қайталанғыштық- әртүрлі операторлардың әртүрлі зертханаларда бірдей сыналатын өніммен, сынау әдісін дұрыс орындап, ұзақ уақыт бойы жұмыс істеу кезінде алынған, екі жеке және тәуелсіз нәтижелер арасындағы айырмашылық, мұнда тек жиырма жағдайдың біреуінің ғана сынау мәндерінің айырмашылығы болуы мүмкін (2-кестені қараңыз).

$$\text{Қайталанғыштық} = 15^{\circ}\text{C} \quad (2)$$

А3.3.2 Ауытқу – осы стандарт әдісінен ауытқуды анықтау мүмкін емес, себебі тұтану температурасын тек аталған әдіс жағдайында ғана анықтауға болады.

A4. Тұтану температурасын қоршаған ортамен салыстырғанда төмен температуралық жағдайларда, отбақырашта болатын кіріктіріме салқындатқыш құрылғысыз, қолмен басқарылатын аспап

A4.1 Сұйықтықтық термометрі бар аспап – отбақыраштағы қыздыру құрылғысының қуат көзін өшіріңіз.

A4.1.1 Егер қолмен басқарылатын аспапта электрондық термометр пайдаланылса, онда қоршаған ортамен салыстырғанда төмен температуралық жағдайларда, қажетті температура деңгейін қою үшін, аспапты пайдалану жөніндегі нұсқаулықты қолдану қажет.

A4.2 Зарядтық құрылғының салқындатқыш блогын қолайлы материалдармен толтырады. Температураның берілген деңгейі 5°C-тан кем болмағанда, салқындату үшін ұсақталған мұзды және қалған суды пайдаланады. Егер температура 5°C-тан төмен болса, лайықты салқындату сұйықтығы ретінде көміртегінің қатты қос тотығы (құрғақ мұз) және ацетон болады. (Назар аударыңыз – ацетон жеңіл тұтанатын сұйықтық. Құрғақ мұздың көзге немесе теріге тиюін болдырмау керек). Егер зарядтық құрылғының салқындату блогын пайдалану мүмкін болмаса, баламалы салқындату әдісіне арналған, қолмен басқарылатын аспапты пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа жүгінген жөн. Қақпақты ашыңыз және блоктың негізін шыны түтікке орнатыңыз. Сақ бола отырып, сыналалық отбақырашты зақымдап алмаңыз. Егер термометр аспабында қажетті температурадан шамамен 10°C-қа төменді көрсетсе, салқындату блогын алып шығады, отбақырашты және қақпақтың кері жағын сорғыш қағаздың көмегімен тез кептіреді. Бұдан әрі қақпақты жабады. (Назар аударыңыз – сұйықтықтық термометрді пайдаланған кезде, блокты термометрдегі сұйықтықтың қату температурасынан төмен температураға салқындатпаған жөн. Сыналалық үлгіні отбақырашқа енгізу үшін шприцті дайындау қажет, үлгіні және отбақырашты, қажетті сынау температурасынан 10 °C кем болмайтындай етіп салқындату қажет.

A4.3 Жалынды реттеген жөн, отбақыраш температурасы бөлме деңгейінен жоғары болуы қажет, жүргізілетін сынаудың қажетті температурасына дейін қыздырады. Бұдан әрі жалынды пайдаланады. Қақпақ саңылауларынан тұтану пайда болуын қадағалайды.

A4.4 Кез-келген өнімнің тұтану температурасын анықтау үшін, сынауды әр жолы жаңа үлгімен қайталаған жөн (12.1 қараңыз).

A5. Температураны өлшеу аспабының сипаттамасы

A5.1 Жалпы сипаттама – блоктың және өлшеу аспабының арасындағы жылууды таратуды жүзеге асыру үшін қажетті, блок ішінде орналасқан

температура өлшегіш аспап. Жылу таратқышты пайдалану үшін оны датчик пен блок арасында орналастыру ұсынылады.

A5.2 Сандық мәндер

A5.2.1 Температуралық аралық минус 30°C бастап 300 °C дейін.

A5.2.2 Бейнеленуді ажырату, 0.5 °C-пен салыстырғанда артық.

A5.2.3 Дәлдік (калибрлеуді жүргізгеннен кейін) A1.2.2 көрсетілген талаптарға қол жеткізу үшін қолданылады.

A5.1 ЕСКЕРТПЕ Температуралық өлшегіштің сандық мәндер әдістемесі ASTM E 1137/E1137M және ISO 60751 анықтауларында ұсынылған.

A5.6 Сұйықтықтық термометр

A5.7 A5.1 кестесін қараңыз

A5.1 кестесі –Сұйықтықтық термометрді анықтау

Белгіленуі	Қату температурасы	Төменгі ауқым	Жоғарғы ауқым
Температуралық ауқым, °C	-30 бастап 100 дейін	0 бастап 110 дейін	100 бастап 300 дейін
Тұнба, мм	44	44	44
Шкаланың бөліктері:			
Тарамдануы	1	1	2
Әр шкаладағы ұзын сызық	5	5	10
Әр шкаладағы сан	10	10	10
Сызықтың ең жоғары ені	0,15	0,15	0,15
Шкала дәлсіздігі, °C, макс	0,5	0,5	2,0
Диффузиялық камера	Қажет	Қажет	Қажет
Толық ұзындық, мм	195-200	195-200	195-200

A5.1 кесте *(жалғасы)*

Шығатын түтіктің диаметрі, мм	6 -7	6 -7	6 -7
Құты ұзындығы, мм	10-14	10-14	10-14
Шығатын құты диаметрі, мм	4-6	4-6	4-6
Шкаланың орналасуы:			
Құтыдан сызыққа дейінгі төменгі бөлік	-30	0	100
Аралық, мм	57-61	48-52	48-52
Өлшеу шкаласының ұзындығы	115-135	115-135	115-13

Д.А қосымшасы
(ақпараттық)

**Д.А 1 кестесі - Ұлттық стандарттардың халықаралық стандарттарға
(халықаралық құжаттарға) сәйкестігі туралы мәліметтер**

Сілтемелік шетел стандартының (шетелдік құжаттың) белгіленуі	Сәйкестік дәрежесі	Сәйкес мемлекеттік стандарттың белгіленуі және атауы
ASTM D6299 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Талдамалы өлшемдер жүйесінің сипаттамаларын бағалау үшін, сапаны және бақылау карталарын қамтамасыз етудің статистикалық әдістемелерін қолдану нұсқауы).	IDT	ҚР СТ ASTM D6299 – 2013 Сапаны статистикалық қамтамасыз етуді қолдану практикасы және талдамалы өлшемдер жүйесінің өнімділігін бағалау үшін диаграммаларды бақылау әдістері ¹
EN ISO 3679 Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method (Тұтану температурасын анықтау. Тепе-теңдік жағдайында жабық отбақырашта анықтаудың жеделдетілген әдісі)	IDT	ҚР СТ ИСО 3669 -2010 Тұтану температурасын анықтау. Тепе-теңдік жағдайында жабық отбақырашта анықтаудың жеделдетілген әдісі
1 – Басылуы тиіс		

ӘОЖ 628.153.6-034(089)

МСЖ75.160

Түйінді сөздер: тұтанушы, от қаупі, тұтанатын, тұтану температурасы, жоғары ұшпалық



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ МАЛОГО РАЗМЕРА

СТ РК ASTM D3828–2013

*ASTM D3828 -12a Standard Test Methods for Flash Point by
Small Scale Closed Cup Tester (IDT)*

Издание официальное

Данный национальный стандарт КазИнСТ основан на ASTM D3828 - 12a
«Standard Test Method for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester »,
авторское право АСТМ Интернэшнл, РА 19428, США.

Переиздается с разрешения АСТМ Интернэшнл

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Информационно-аналитический центр нефти и газа».

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации № 58 «Нефть, газ, продукты их переработки, материалы, оборудование и сооружения для нефтяной, нефтехимической и газовой промышленности» и Республиканским Государственным Предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства промышленности и новых технологий Республики Казахстан № 548-од от 28.11.13г

Настоящий стандарт идентичен американскому стандарту ASTM D3828 – 12a Standard test methods for flash point by small scale closed cup tester (Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле малого размера), авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел с разрешением АСТМ Интернешнел. Стандарт ASTM D3828 – 12a разработан подкомитетом D02.03.

Данный национальный стандарт КазИнСТ основан на ASTM D3828 - 12a «Standard Test Method for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester», авторское право АСТМ Интернэшнл, PA 19428, США. Переиздается с разрешения АСТМ Интернэшнл. Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры зарубежных стандартов, которые использовались для подготовки настоящего национального стандарта, их перевод и зарубежных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Едином государственном фонде нормативных технических документов. Отдельные фразы, термины, приведенные в официальной версии Американского национального стандарта, изменены или заменены словами синонимами в целях соблюдения норм государственного и русского языков и принятой терминологии, а также в связи с особенностями построения государственной системы технического регулирования. Степень соответствия – (IDT).

Сведения о соответствии национальных (межгосударственных) стандартов ссылочным зарубежным стандартам и национальному стандарту иностранного государства, приведены в дополнительном Приложении Д.А.

Степень соответствия – (IDT).

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2018 год
5 лет

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Введение

Данный метод определения температуры вспышки применяется для испытания образца при определенном уровне температуры, где испытуемый образец и воздушно – паровые смеси приближены к температурному балансу. Стандартный метод ASTM D 3941 содержит отличающееся от данного стандарта оборудование. Значение температуры вспышки зависит от конструкции прибора, условий его эксплуатации и применяемого метода определения. Температуру вспышки можно определить под средством стандартного метода, и никаких соответствий с другими методами определения или другим испытательным оборудованием, отличающегося от представленного метода не гарантированно.

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В
ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ МАЛОГО РАЗМЕРА**

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры вспышки нефтепродуктов и биодизельных жидких топлив используя закрытый тигель малого размера в температурном интервале от минус 30 °С до 300 °С. Данная процедура используется для определения наличия /отсутствия вспышки при определенном уровне температуры (Метод А) или определение температуры вспышки испытуемых образцов (Метод Б). Данные методы могут быть пригодны также для определения температуры вспышки на биодизельных топливах содержащих большое количество метиловых эфиров жирных кислот в случае использования совместно с электронно-тепловым детектором вспышки.

Настоящий стандарт может использоваться для определения и описания свойств материалов, продуктов или входящих в их состав компонентов при нагревании и горении в контролируемых лабораторных условиях, но не может использоваться для определения оценки риска и опасности при горении или воспламенении материалов, продуктов или входящих в их состав компонентов в условиях воспламенения. Однако результаты, полученные при испытании по данному методу, можно использовать для оценки риска возникновения воспламенения, где учитываются факторы, относящиеся к оценке риска при конечном использовании продукта.

Целью настоящего стандарта не является рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья и определяет необходимость использования регулирующих ограничений до его применения. Особые предупреждения приведены по тексту стандарта.

2 Нормативные документы

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

ASTM D3941 Test method for flash point by the equilibrium method with a closed-cup apparatus (Метод определения температуры вспышки методом равенства с закрытым тиглем).

ASTM D4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Руководство ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов).

ASTM D4177 Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Руководство автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов).

ASTM D6299 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Руководство применения статистических методик обеспечения качества и контрольных карт для оценки характеристик аналитической системы измерений).

ASTM D6708 Practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of a material (Стандартная методика применения статистических оценок и улучшения ожидаемых совпадений между методами испытаний нацеленных на измерение идентичности вещества).

ASTM E 300 Practice for sampling industrial chemicals (Стандартная методика отбора проб промышленных химических продуктов).

ASTM E 1137/1137M Specification for industrial platinum resistance thermometers (Спецификация промышленного платинового термометра сопротивления).

ISO Guide 34 Quality systems guidelines for the production of reference materials (Система указания проверки качества для производства справочного материала).

ISO Guide 35 Certification of reference materials – General and statistical principles (Сертификация справочного материала. Общие и статистические принципы).

EN ISO 3679 Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method (Определение температуры вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях).

EN ISO 3680 Determination of flash/no flash- rapid equilibrium closed cup method (Определение температуры наличие/отсутствие вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях).

ISO 60751 Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors (Термометры сопротивления промышленные платиновые).

IP 523 Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method (Определение температуры вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях).

IP 524 Determination of flash/no flash - Rapid equilibrium closed cup method (Определение температуры наличие/отсутствие вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях).

3 Термины и определения

3.1 Определения:

3.1.1 **Равновесие** (equilibrium): Состояние, когда испытуемый образец пробы и его испарения находятся при одинаковой температуре во время применения источника воспламенения.

3.1.1.1 **Пояснение** (discussion): Состояния равновесия невозможно достичь на практике, поскольку температура образца, крышки и задвижки прибора, как правило, имеют различную температуру.

3.1.2 **Температура вспышки** (flash point): Низшая температура, с поправкой на давление 101,3 кПа (760 мм рт.ст.), при которой применение зажигательного устройства вызывает воспламенение паров испытуемого образца.

4 Сущность метода

4.1 Метода А – Определение на наличие/отсутствие вспышки, где испытуемый образец вводят шприцом в тигель поддерживающий определенный температурный уровень. Определение на наличие/отсутствие вспышки производится после применения источника воспламенения.

4.2 Метод Б – Конечная температура вспышки – Данный метод представляет собой повторение Метода А в необходимом количестве раз исходя из количества изменений температуры и испытуемого образца, что определяет температуру вспышки.

4.2.1 Испытуемый образец следует водить в тигель, где поддерживается предполагаемая температура вспышки. Далее необходимо применить источник воспламенения и сделать заключение о наличии вспышки.

4.2.2 Испытуемый образец вынимается из тигля, тигель и крышка промываются, измеряемая температура корректируется в пределах 5 °С. Температуру следует понижать или повышать, в зависимости от наличия вспышки перед испытанием. Свежеотбранный образец вводится в тигель и

СТ РК ASTM D3828-2013

проводится испытание. Процедура повторяется до того как температура вспышки устанавливается в рамках 5 °С.

4.2.3 Процедура повторяется в интервалах 1 °С до определения температуры вспышки с точностью до 1 °С.

4.2.4 Для достижения более точных результатов процедура повторяется в интервалах 0,5 °С до определения температуры вспышки с точностью до 0,5 °С.

4.3 Продолжительность испытания и количество образца:

4.3.1 Для испытания на вспышку, где допустимый уровень температуры составляет не более 100 °С для всех продуктов, за исключением биодизеля, необходима 1 мин на проводимое испытания, где объем образца должен составлять 0,002 дм³.

4.3.2 Для испытания на вспышку, где допустимый уровень температуры составляет не более 100 °С для всех продуктов за исключением биодизеля необходимо 2 мин на проводимое испытание, где объем образца составляет 0,004 дм³.

4.3.3 Для испытания на вспышку при любой температуре включая биодизель, время испытания занимает 1 мин, объем образца составляет 0,002 дм³.

5 Значение и применение метода

5.1 Температура вспышки измеряет реакцию испытуемого образца на нагрев и источник воспламенения в лабораторных условиях.

5.2 Сведения о температуре вспышки используется в правилах безопасности и транспортировки для определения и классификации воспламеняющихся и взрывчатых веществ. Сведения об отношении продукта к определенной группе горючести можно найти в соответствующих документах.

5.3 Температура вспышки является показателем высоколетучих и воспламеняющихся компонентов в относительно нелетучем или невоспламеняющемся продукте.

5.4 В отличие от стандартного метода, данный метод определения имеет меньшее количество образца (от 0,002 дм³ до 0,004 дм³) и меньшую продолжительность испытания (от 1 мин до 2 мин).

5.5 Метод А, IP 524 и метод EN ISO 3680 по испытанию температуры вспышки/отсутствие вспышки являются аналогичными. Методы Б, IP 523 и метод EN ISO 3679 по определению температуры вспышки являются аналогичными.

6 Средства измерений и вспомогательное оборудование

6.1 Тигель и крышка – основные размеры и технические условия прибора представлены на Рисунке А.1.1 и Таблице А.1.1. Прибор и его комплектующие детально описаны в приложении А1. Температурный диапазон колеблется от минус 30 °С до 300 °С. Некоторые приборы могут не охватывать полный температурный диапазон.

6.2 Барометр должен быть отградуирован с точностью до 0,5 кПа. Кроме барометров используемых на климатических станциях или аэропортах.

6.3 Экран для защиты - экран должен быть расположен на задней части прибора по обеим его сторонам, экран используется в случае отсутствия иной защиты.

7 Реактивы и материалы

7.1 Очищающий растворитель – допускается использование некорродирующего вещества способное очистить испытательный тигель и крышку. Наиболее распространенными в применении в качестве растворителей являются толуол и ацетон. (Внимание – толуол, ацетон и другие растворители, легко воспламеняемые и опасны для здоровья).

7.2 Бутан, пропан и природный газ – применяются как источники пламени. (Внимание – Бутан, пропан и природный газ легко воспламеняемые и опасны для здоровья).

8 Отбор проб

8.1 Объем образца для каждого испытания должен быть не менее 0,05 дм³. Образцы отбирают в соответствии с требованиями ASTM D 4057, ASTM D 4177, ASTM E 300.

8.2 Образцы должны храниться в чистых, герметичных контейнерах при комнатной температуре (от 20 °С до 25 °С) или ниже.

8.3 Не допускается хранить пробы в контейнерах, изготовленных из газопроницаемых материалов, так как легколетучие продукты могут рассеяться через стенки корпуса. Пробы, находящиеся в негерметичных контейнерах, при испытаниях не показывают достоверных результатов.

8.4 Завышенные значения температуры вспышки получают при несоблюдении мер предосторожности, что приводит к потере летучих продуктов. В целях предотвращения потерь летучих продуктов и попадания влаги не следует открывать контейнер. Перемещение образца не следует осуществлять до тех пор, пока температура образца будет не менее 10 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

СТ РК ASTM D3828-2013

8.5 Раствор или вода содержащаяся в пробе осушается хлористым кальцием. (Внимание - если проба содержит летучие компоненты, описания к 8.5 необходимо исключить).

8.6 Температура образца должна быть достаточно низкой или откорректирована как минимум на 10 °C ниже температуры вспышки перед вскрытием или извлечением образца. Если аликвотная проба была на хранении перед испытанием, следует убедиться, что контейнер заполнен на 85-95 % от его вместимости.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Полученный результат может варьироваться, если объем пробы, ниже 50 % от ее вместимости.

8.7 В жидкостном состоянии, необходимо смешать пробы перед извлечением испытуемого образца, при этом не допуская потерь летучих компонентов. Если при комнатной температуре проба находится в загустевшем состоянии, ее следует нагревать до температуры не выше 10 °C от температуры вспышки, такой образец может быть смешан взбалтыванием. Следует удостовериться в отсутствии высокого давления в контейнере вследствие нагревания.

8.8 Если образец не может быть получен в достаточно жидкой форме для введения в тигель сквозь отверстие при нагревании (см. 8.7), следует переместить испытуемый образец с помощью плотного дозатора или лабораторной лопатки при открытой крышке. Образец должен соответствовать необходимому объему, также проба должна растекаться на дне тигля как можно ровнее.

9 Подготовка прибора

9.1 Прибор устанавливают на ровной устойчивой поверхности. Если испытания проводят в помещении, в котором имеет место заметное движение воздуха, прибор с трех сторон окружают экраном для защиты (см. 6.3). Не следует полагаться на испытания, проведенные в лабораторном вытяжном шкафу не удостоверившись в том, что присутствие воздуха и испарений возможно устранить вблизи тигля во время применения источника возгорания.

9.2 Для безопасной эксплуатации прибора необходимо ознакомиться с инструкцией по применению.

9.3 Подготовка к использованию прибора проводится согласно инструкции по применению описывающей методы калибровки, проверки и использования оборудования, особенное внимание следует уделить использованию источника возгорания. (Внимание – Неправильно выставленный размер тестируемого пламени или установка электрического зажигания может значительно повлиять на результаты испытания).

9.4 Испытуемый тигель, крышка и комплектующие детали необходимо отчищать подходящим раствором. Все составляющие следует насухо вытереть абсорбирующей бумагой. Остатки раствора могут быть удалены потоком сухого, чистого воздуха. Трубоочиститель можно использовать для очистки наполнительного отверстия.

9.5 Необходимо рассчитать и записать барометрического давления (6.2) до начала испытания.

9.6 Для определения температуры вспышки на биотопливах таких как метиловых эфиров жирных кислот (FAME) используют детектор вспышки см. Приложение A.1.7. Детектор вспышки можно также использовать для других испытуемых материалов.

9.7 Если температура вспышки ниже комнатной температуры см. Приложение A.4, кроме случаев если прибор имеет встроенную систему охлаждения испытуемого тигля.

10 Калибровка прибора

10.1 Калибровать и корректировать показатели на приборе температурного измерения не менее одного раза в год согласно инструкции по эксплуатации (см. A.1.4., A.5).

10.2 Функционирование прибора проверяют не реже одного раза в год путем определения температуры вспышки стандартных образцов (см. A2). Температуры вспышек стандартных образцов близки по значению к предполагаемому интервалу температур вспышек испытуемых образцов. Стандартные образцы испытывают по Методу Б (см. Раздел 12). Зафиксированные значения температуры вспышки, полученные в 12.8, 12.9, должны быть с поправкой на барометрическое давление (см. Раздел 13). Полученные значения температуры вспышки должны находиться в пределах, установленных в Таблице A2.1. Значения температуры вспышки для стандартных образцов приведены в A2.

10.3 После калибровки функционирования прибора, температура вспышки вторичных рабочих смесей (SWS) может определяться соответственно их предельным контрольным значениям. Вторичные рабочие смеси можно использовать при последующих калибровках (см. A.2).

10.4 Если полученная температура вспышки не попадает в интервал значений, указанных в 10.2, 10.3, следует проверить состояние и работу прибора с целью соответствия прибора требованиям, приведенным в приложении A.1. В первую очередь следует проверить герметичность крышки (см. A.1.3), работу задвижки, интенсивность источника воспламенения, положения зажигательного устройства, работу детектора вспышки (при наличии) и показания температурного измерителя. После проведения любой регулировки необходимо повторить испытание,

СТ РК ASTM D3828-2013

приведенное в 10.2, 10.3. Необходимо использовать новый испытуемый образец и выполнить все требования данного метода испытания.

Метод А – Испытание на наличие/отсутствие вспышки

11 Проведение испытания

11.1 Испытание на наличие/отсутствие вспышки проводят при температуре поддающейся корректировке по причинам внешнего атмосферного давления во время проведения испытания. Используют алгебраическую формулу для изменения требования температуры вспышки на необходимую фактическую температуру испытания с точностью до 0,5 °C

$$\text{Фактическая температура испытания, } C = S_c - 0,25 (101,3 - A) \quad (1)$$

$$\text{Фактическая температура испытания, } C = S_c - 0,03 (760 - B) \quad (2)$$

где S_c - обозначение, или нескорректированная целевая температура испытания, °C,

B - внешнее барометрическое давление, мм рт ст

A - внешнее барометрическое давление, кПа.

11.2 При проверки тигля и крышки на степень чистоты и правильное функционирование уделяют особое внимание герметичности крышки (см. А 1.2.1), работу задвижки, интенсивность источника воспламенения и расположение источника воспламенения (см. А.1.3). Проводят чистку при необходимости, устанавливают крышку и надежно закрывают (см. 9.3).

11.3 Температуру и время испытания устанавливают согласно инструкции по эксплуатации, объем испытуемого образца устанавливают согласно Таблице 1.

11.4 Когда тигель находится при температуре испытания, образец заполняют в шприц в соответствии с А1.5, А1.6, далее перемещают шприц в заполняемое отверстие, соблюдая осторожность во избежание потери пробы, испытуемый образец вводят в тигель полностью выжимая шприц, убирая шприц после процедуры.

11.5 Включают таймер, зажигают горелку и регулируют пламя до 5 мм в диаметре.

11.6 После определения времени завершения испытания, следует включить источник воспламенения. Необходимо медленно и равномерно открывать и закрывать задвижку на протяжении 2,5 с. Если детектор вспышки не применяется при испытании, следует внимательно следить за наличием вспышки при открытом тигле.

11.6.1 Испытуемый образец сигнализирует о наличии вспышки при появлении сильного пламени и интенсивного распространения его над поверхностью испытуемого образца. Вероятно, что непосредственно перед определением температуры вспышки, применение газа как источника воспламенения может повлечь за собой объемное возгорание, что не является вспышкой и должно быть игнорируемо.

Таблица 1 – Условия испытания

Проба	Температура испытания, °C	Объем образца, дм ³	Время испытания, мин
Все, исключая биодизель	≤ 100 °C	0,002	1
Все, исключая биодизель	> 100 °C	0,004	2
Биодизель	≤ 300 °C	0,002	1

11.7 Результаты испытания на наличие/отсутствие вспышки и температуру проводимого испытания фиксируют.

11.8 Выключают горелку и пламя. Убирают испытуемый образец, очищают тигель и крышку. В целях безопасности необходимо дожидаться охлаждения тигля перед его очисткой.

Метод Б – определение температуры вспышки

12 Проведение испытания

12.1 Данная процедура повторяет процедуру в Методе А (см. 11.3-11.8) определенное количество раз. В каждом испытании необходимо использовать новый образец и разный уровень температуры. Изменения температуры дает возможность определить два уровня температуры 1 °C или 0,5 °C в независимости от отсутствия вспышки при низкой температуре и возникновения вспышки при высокой температуре.

12.1.1 Выбирают предполагаемую температуру вспышки образца как изначальную температуру испытания и следуют процедурам указанным в 11.3-11.8.

12.1.2 При наличии вспышки повторяют процедуру предложенную в 11.3-11.8 при температуре на 5 °C ниже предыдущей попытки и повышают ее с интервалом в 5 °C до возникновения вспышки.

12.1.2.1 (см. 12.6).

СТ РК ASTM D3828-2013

12.1.3 При отсутствии вспышки повторяют процедуру в соответствии с 11.3-11.8 при температуре на 5 °C выше предыдущей попытки и повышают ее с интервалом в 5 °C до появления вспышки.

12.1.4 После получения вспышки по отдельности с двумя уровнями температуры 5°C ,необходимо повторить процедуру при интервалах в 1 °C начиная с более низкой из двух выбранных, до возникновения вспышки.

12.1.5 Записать полученную температуру вспышки, позволяя любые известные термометрические коррекции.

12.1.6 Температура вспышки полученная в 12.4 будет с точностью до 1 °C.

12.1.6.1 Для достижения более точных результатов (с точностью до 0,5 °C) следует провести испытание при температуре на 0,5 °C ниже температуры вспышки полученной в 12.1.4. При отсутствии вспышки, температура полученная в 12.1.4 является температурой вспышки с точностью до 0,5 °C. Если вспышка обнаружена при более низкой температуре в 12.1.6, следует записать полученную температуру вспышки.

12.1.7 При завершении испытания выключают горелку и пламя. Когда температура тигля снизится до безопасного уровня, необходимо убрать испытуемый образец, очистить тигель и крышку.

13 Вычисления

13.1 Метод А – при корректировки эффекта барометрического давления по Формуле 1-2 (см. 11.1), дальнейшие вычисления не требуются.

13.2 При отсутствии корректировки эффекта барометрического давления перед испытанием, понадобится Формула 4-5 для определения корректной температуры испытания:

$$\text{Корректная температура испытания (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,25 (101,3 - A) \quad (4)$$

$$\text{Корректная температура испытания (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,03 (760 - B) \quad (5)$$

где С - Фактическая температура испытания, °C

А - внешнее барометрическое давление, кПа

В - внешнее барометрическое давление, мм рт ст

13.3 Метод Б – если внешнее барометрическое давление (см. 9.5) не соответствует 101,3 кПа (760 мм рт ст), температуру вспышки корректируют следующим методом:

$$\text{Корректная температура вспышки: (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,25 (101,3 - A) \quad (7)$$

$$\text{Корректная температура вспышки: (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,03 (760 - A) \quad (8)$$

где С - установленная температура вспышки, °C

А - внешнее барометрическое давление, кПа

В - внешнее барометрическое давление, мм рт ст

14 Протокол испытания

14.1 В протоколе испытаний указывают наличие /отсутствие вспышки при температуре с точностью до 0,5 °С, также указывается использованный Метод А.

14.2 В протоколе испытаний указывают температуру вспышки с точностью до 0,5, также указывается использованный Метод Б.

14.3 В протоколе испытаний указывают обозначение испытываемых материалов, дату испытания и любые отклонения от установленных процедур.

15 Точность и отклонение метода

15.1 Точность – точность процедуры Б определяется статистическими лабораторными исследованиями представленными в 15.1.1, 15.1.2, и Таблице 2. Приложение А.3 содержит уточнение метилового эфира жирных кислот (FAME).

15.1.1 Сходимость - расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного времени. При правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати возможны расхождения значений испытаний. Например, уточнение в Таблице 2; допустимый диапазон от 20 °С до 210 °С.

$$r = 0,01520 (x+110) ^\circ\text{C} \quad (1)$$

где x - среднее значение двух результатов

15.1.2 Воспроизводимость - Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного времени при правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати может превышать следующие значение. Для примера сходимости следовать Таблице 2; где допустимый температурный интервал от 20 °С до 210 °С.

$$R = 0,02561 (x+110) ^\circ\text{C} \quad (2)$$

СТ РК ASTM D3828-2013

где \bar{x} – среднее значение двух результатов

15.2 Отклонение – Определить отклонение от метода настоящего стандарта не представляется возможным, так как температуру вспышки можно определить только в условиях данного метода.

15.2.1 Относительное отклонение – относительная оценка отклонения была осуществлена согласно ASTM D 6708 - методология приборов использующих газ или электрическое зажигание. Итог статистической оценки действительно показывает относительное отклонение. Точность, как показано в 15.1.1, 15.1.2 демонстрирует сочетание газа и электрического зажигания. В случае любых разногласий, газовое зажигание считается эталоном.

15.3 Точность ILS – Девятнадцать лабораторий одиннадцать газовых и восемь электронных воспламенителей произвели анализ пятнадцати проб большого количества топлива и схожих продуктов при температуре вспышки с интервалом от 20 °C до 210 °C. Полная информация о исследовании содержится в протоколе исследования.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Три стандарта ASTM 02.08.B0 TG D3828. Редакционные изменения EL SC- B4 Воспламеняемость и ISO TC28 WG9 GWJ Метод испытания температуры вспышки, включено редакционное изменение D3828, IP523 и EN ISO 3679, в указанном порядке расположены в протоколе исследования ILS в том числе и результаты ILS, все три источника согласуют, что сочетание информации газа и электричества рекомендуется для получения необходимой точности проводимого испытания.

Таблица 2– Рассчитанная сходимость и воспроизводимость топлива и других схожих продуктов.

Температура, °C	20	40	60	80	10	12	14	16	18	200	220
Сходимость, °C	2,0	2,3	2,6	2,9	3,2	3,5	3,8	4,1	4,4	4,7	4,9
Воспроизводимость, °C	3,3	3,8	4,4	4,9	5,4	5,9	6,4	6,9	7,4	7,9	8,2

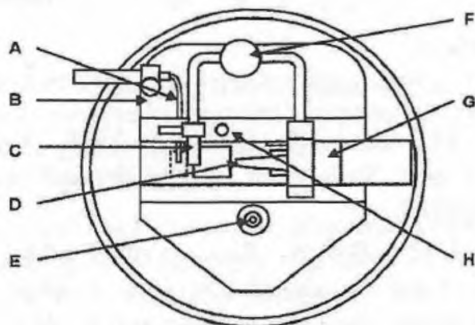
Приложение (обязательное)

A1 Прибор определения температуры вспышки

A1.1 Прибор определения температуры вспышки, Рисунок A1.1 и Таблица A1.1.

A1.2 Тигель, состоит из сплава на основе алюминия или коррозиестойкой теплопроводной заготовки с цилиндрической впадиной над которой закреплена крышка. Инструмент измерения температуры расположен внутри заготовки.

A1.2.1 Крышка состоит из открывающейся задвижки и устройства способным вводить источник воспламенения в испытуемый тигель, когда задвижка открыта. Горловина источника воспламенения должна пересекать нижнюю панель крышки. Крышка также включает в себя продленное отверстие доходящее до лунки которое применяется для ввода испытуемой пробы, также отверстие применимо как зажимное приспособление для плотной фиксации крышки к заготовке. Три отверстия в крышке должны располагаться по диаметру лунки. Если задвижка в открытом состоянии, два отверстия в задвижке должны совпадать с двумя соответствующими отверстиями в крышке.



- A** -детектор вспышки
- B** -подкладка
- C** -насадка запальной горелки
- D** - огневое сопло
- E** -заправочное отверстие
- F** -регулировочный винт газового пламени
- G** -задвижка
- H** -измеритель пламени
- I** -термометр
- J** -центровочный паз детектора вспышки
- K** -уплотняющая кольцообразная крышка
- L** -блок испытуемого тигля
- M** - гнездо для термодатчика

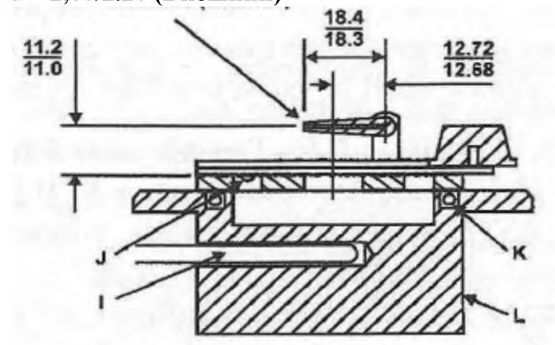
Рисунок A1.1 Тигель и крышка

СТ РК ASTM D3828-2013

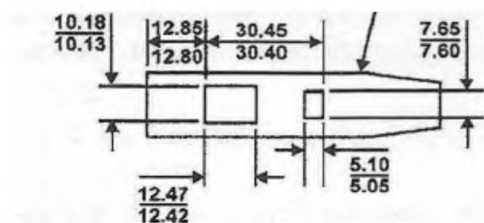
Расточка испытуемого сопла

0 = 1,65/1.60 (Внутренний)

0 = 2,60/2.20 (Внешний)

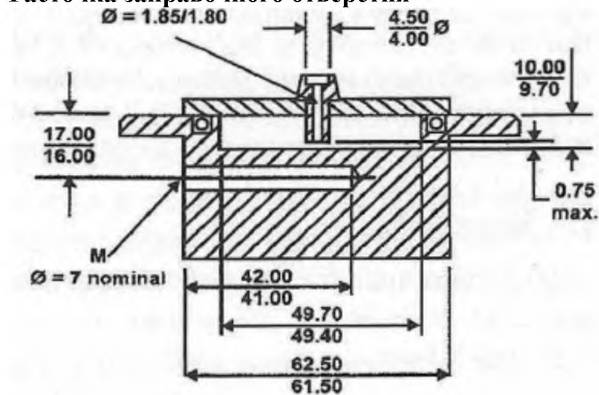


Расчетная толщина 1 мм



Задвижка

Расточка заправочного отверстия



Испытуемый тигель и крышка

Рисунок A1.1 (продолжение)



ПРИМЕЧАНИЕ 1 Представленные размеры в миллиметрах.

Рисунок А1.1 (продолжение)

Таблица А.1.1 – Необходимые замеры прибора определения температуры вспышки^{А,Б}

	мм
Блок испытуемого образца:	
Диаметр блока	61,5-62,5
Диаметр лунки испытуемого образца	49,40-49,70
Глубина лунки испытуемого образца	9,70-10,00
Крышка блока в центре отверстия термометра	16,00-17,00
Диаметр отверстия термометра	≈7,00
Крышка:	
Большая длина отверстия	12,42-12,47
Большая ширина отверстия	10,13-10,18
Малая длина отверстия	5,05- 5,10
Малая ширина отверстия	7,60-7,65
Дистанция между концевыми призмами малых отверстий	48,37- 48,42
Диаметр заправочного отверстия	4,00-4,50
Расточка заливного патрубка	1,80-1 ,85

Таблица А.1.1 (продолжение)

Максимальная дистанция заливного патрубка от базы лунки при закрытой крышке	max 0,75
Задвижка:	
Большая длина отверстия	12,42-12,47
Большая ширина отверстия	10,13-10,18
Малая длина отверстия	5,05-5,10
Малая ширина отверстия	7,60-7,65
Ближняя граница большого отверстия к концу задвижки	12,80-12,85
Предел больших и малых отверстий:	30,40- 30,4 5
Сопло:	
Длина сопла	18,30-18,40
Предельный диаметр конца сопла	2,20-2,60
Отверстие сопла	1,60-1,65
Высота соплового цента над поверхностью крышки	11,00-11,20
Сопловый стержень в центре блока при закрытой крышки	12,68-12,72

^АКольцеобразный уплотнитель или изолятор образует уплотнение при закрытой крышке состоящий из термостойкого металла устойчивого к испытываемой температуре и испытываемым материалам.

^БПрибор для измерения температуры должен иметь термоконтакт с блоком испытываемого тигля.

А1.2.2 Электрический нагреватель прикрепляется к тиглю способом обеспечения эффективного распределения тепла. Температуру проводимого испытания контролирует нагреватель. Измеряю температуру с помощью термометра на месте, где нет свободного движения воздуха в пределах $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ для испытаний при температуре не превышающей 100°C и $\pm 2,0^{\circ}\text{C}$ для испытаний при температуре выше 100°C . Тигель охлаждают используя приборы с эффектом Пельтье, внешний криостат или охлаждающею вставку согласно Приложению А4.

А1.3 Пламя и горелка располагаются внутри тигля для испытания на наличие вспышки, горелка необходима для поддержания пламени. Сопло источника возгорания пересекает нижнюю панель крышки. Появлении пламени инициируется заправкой топлива, используют бутан или пропан, также может использовать встроенный бак с бутаном или пропаном (Внимание – не следует перезаряжать автономный газовый бак при повышенной температуре, включенной горелки и вблизи иных источников возгораний). Конусное кольцо диаметром 4мм располагается над крышкой,

вблизи пламени, что способствует равномерности пламени. Электронный воспламенитель совместно с подходящим механизмом погружения и крышкой также применяется для источника пламени (см. А.1.10), однако сравнительный анализ точности и воспроизводимости не проводился между электронным и газовым воспламенителями. Электронный воспламенитель должен быть электро- нагреваемым (нить накала), нагретый участок должен располагаться горизонтально и пересекать внутреннюю панель крышки. Необходимо следовать инструкции по эксплуатации для обеспечения правильно работы воспламенителя. В случае любых разногласий, использование газового воспламенителя считается предпочтительным.

А1.4 Акустический сигнал, необходим для определения степени погруженности источника воспламенения в тигель.

А1.5 Шприц, оборудован соответствующим соплом для ввода образца в тигель, шприц выдавливает $(0,002 \pm 0,00005)$ дм³. Данный шприц используют дважды при испытании образца равного 0,004 дм³.

А1.6 Шприц, оборудован соответствующим соплом для ввода образца в тигель, шприц выдавливает $(0,004 \pm 0,0001)$ дм³.

А1.7 Детектор вспышки (дополнительный), представляет собой термокапсулу с низкой массой определяющий температуру вспышки. Вспышка определяется при условии, если температура достигает 6 °С в течении 100 мс.

А1.8 Прибор для отсчета времени – электронный таймер.

А1.9 Прибор измерения температуры - жидкостный термометр или электронный измеритель температуры имеющий точность, превышающую 0,5°С вплоть до 100 °С, при более высоком уровне температуры точность соблюдается в рамках 2,0 °С .

А1.10 Экран электронного воспламенителя - металлический экран для заслона источника воспламенения. Применяется только при использовании электронного воспламенителя.

А2. Проверка функционирования прибора

А2.1 Стандартных образец (CRM) – это насыщенный углеводород, степень чистоты которого не менее 99 молярных долей, или другой стабильный нефтепродукт с установленной температурой вспышки, определенной при межлабораторных исследованиях в соответствии с требованиями ASTM или ISO Guide 34 и 35.

А2.1.1 Значения температуры вспышки с поправкой на барометрическое давление для некоторых стандартных образцов и предельные отклонения этих значений приведены в Таблице А2.1

(См. Примечание А2.2). Представленная информация о температуре вспышек стандартных образцов сертифицируется, также указывается метод

СТ РК ASTM D3828-2013

проводимых испытаний на наличие вспышки. Предельные отклонения для других стандартных образцов определяют с помощью значения воспроизводимости данного метода и затем умножают на 0,7.

ПРИМЕЧАНИЕ A2.1 Дополнительную информацию о межлабораторных исследованиях по определению температуры вспышки приведенных в Таблица А 2.1 можно найти в отчете протокола исследования.

ПРИМЕЧАНИЕ A2.2 Продукты, их степень чистоты, значения температуры вспышки и предельные отклонения температуры, приведенные в Таблице А.2.1, были получены в результате исследований по программе межлабораторных испытаний с целью определения пригодности использования их в качестве контрольных жидкостей в методе определения температуры вспышки. Продукты с другими степенью чистоты и температурой вспышки и предельными отклонениями также могут быть пригодными для этих целей, если они изготовлены в соответствии с требованиями ASTM D 6300 (взамен действующего ранее RR:D02-1007) или ISO Guide 34 и ISO Guide 35. Перед использованием этих продуктов следует внимательно изучить сертификаты поставляемого продукта, так как значение температуры вспышки в значительной степени зависит от состава СО.

A2.2 Вторичная рабочая смесь (SWS) – Это насыщенный углеводород, степень чистоты которого не менее 99 молярных долей, или другой нефтепродукт, состав которого известен и который можно считать стабильным.

A2.2.1 Среднее значение температуры вспышки и предельные отклонения (3σ) вторичной рабочей смеси определяют с применением стандартных статистических методов.

Таблица А2.1– Характерные значения температуры вспышки и допустимые погрешности (допускаемые предельные отклонения для единичного результата)

ПРИМЕЧАНИЕ1 Допустимый интервал показывает допустимый 99 % охват с 95 % степенью достоверности.

Вещество	Температура вспышки, °C	Погрешность, °C
2- Бутанол ^{а)}	20,7	± 2, 3
П-ксилол (1,4 – Диэтилбензол ^{а)})	26,1	± 2,4
Н-Бутанол ^{а)}	36,5	± 2,6
Декан ^{б)}	49,7	± 2,9
Ундекан ^{б)}	65,9	± 3,2
Диэтиленгликоль ^{а)}	142,2	± 4,5

^{а)} Среднее значения получены в результате исследования по программе межлабораторных испытаний IP523/10

b) Среднее значения полученные в результате исследования по программе межлабораторных испытаний RR: S15-1010.

A3.Точность измерения метилового эфира жирных кислот (FAME)

A 3.1 Исходная информация

A 3.1.1 В рамках правосудия, общеевропейский межлабораторный контроль был осуществлен согласно методу определения EN ISO 3679. Данный контроль включил в себя десять лабораторий, где было протестированно десять контрольных образцов (двадцать контейнеров для каждого образца). Использовалось два типа метилового эфира жирных кислот (FAME): семена рапса и семена подсолнухов. Каждый образец был испорчен (контаминирован) 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 % метанола.

A3.2 Эквивалентность

A3.2.1 Метод EN ISO 3679 (IP S23) и сопряженный метод определения наличие/отсутствие вспышки EN ISO 3680 (IP S24) эквиваленты методу определения ASTM D3828 и содержат аналогичные процедуры, приборы и наличие точности.

A3.3 Точность и отклонение метода

A3.3.1 Точность и отклонения – степень точности данного метода определена межлабораторными статистическими результатами в следующем виде:

A3.3.1.1 Сходимость - расхождение между двумя результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного времени при правильном выполнении метода испытания, где только в одном случае из двадцати возможны расхождения значений испытаний (см. Таблица 2).

$$\text{Сходимость} = 1,9^{\circ} \text{ C} \quad (1)$$

A3.3.1.2 Воспроизводимость - расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного времени при правильном выполнении метода испытания, где только в одном случае из двадцати возможны расхождения значений испытаний (см. Таблица 2).

A.3.3.2 Отклонение – определить отклонение от метода настоящего стандарта не представляется возможным, так как температуру вспышки можно определить только в условиях данного метода.

A4. Определение температуры вспышки при температур условиях ниже, чем в окружающей среде прибором с ручным управлением без встроенного охлаждающего устройства в тигле

A4.1 Прибор с жидкостным термометром – выключите питание нагревающего устройства в тигле.

A4.1.1 Если в приборе с ручным управлением используется электронный термометр необходимо воспользоваться инструкцией по эксплуатации прибора для выставления необходимого уровня температуры в температурных условиях ниже, чем в окружающей среде.

A4.2 Охладительный блок зарядного устройства заполняют подходящими материалами. Когда заданный уровень температуры не меньше чем 5°C используют размельченный лед и оставшуюся воду для охлаждения. Если температура меньше чем 5°C подходящей охлаждающей жидкостью будет твердая двуокись углерода (сухой лед) и ацетон. (Внимание – ацетон легко воспламеняемая жидкость. Не допускается попадания сухого льда в глаза или на кожу). Если использование охладительного блока зарядного устройства не является возможным, нужно следовать инструкции по эксплуатации прибора с ручным управлением для альтернативного метода охлаждения. Поднимите крышку и поместите основание блока в пробирку. Соблюдая осторожность, не повредите испытуемый тигель. Если на приборе термометра примерно на 10 °C ниже необходимой температуры снимают блок охлаждения, быстро сушат тигель и обратную сторону крышки с помощью впитывающей бумаги. Далее закрывают крышку. (Внимание – при использовании жидкостного термометра не следует охлаждать блок ниже температуры застывания жидкости в термометре. Необходимо приготовить шприц для ввода испытуемого образца в тигель, образец и тигель надлежит охладить не меньше чем на 10 °C ниже необходимой температуры испытания.

A4.3 Следует отрегулировать пламя, температура тигля должна быть выше комнатного уровня, нагревают до необходимой температуры проводимого испытания. Далее применяют пламя. Через отверстия крышки следят за появлением вспышки.

A4.4 Для определения температуры вспышки любых продуктов следует всякий раз повторять испытание с новым образцом в (см. 12.1).

A5. Характеристика прибора измерения температуры

A5.1 Общая характеристика – прибор измерения температуры расположенный внутри блока необходимый для осуществления распределения тепла между блоком и прибором измерения. Для использования теплового распределителя рекомендуется расположить его между датчиком и блоком.

A5.2 Числовые значения

A5.2.1 Температурный интервал от минус 30 °C до 300 °C.

A5.2.2 Разрешение отображения, лучше, чем 0.5 °C.

A5.2.3 Точность (после проведения калибровки) применима для достижения требований в A1.2.2.

ПРИМЕЧАНИЕ A5.1 Методика числовых значений температурного измерителя предоставлена в определении ASTM E 1137/E1137M и ISO 60751.

A5.6 Жидкостный термометр

A5.7 См. Таблицу A5.1.

Таблица A5.1– Определения жидкостного термометра

Обозначение	Температура заморзания	Низкий диапазон	Высокий диапазон
Температурный диапазон, °C	От -30 до 100	От 0 до 110	От 100 до 300
Осадок, мм	44	44	44
Деления шкалы:			
Разветвление	1	1	2
Длинная линия в каждой шкале	5	5	10
Чисел в каждой шкале	10	10	10
Максимальная ширина линии	0,15	0,15	0,15

Таблица А5.1 (продолжение)

Погрешность шкалы, °С, макс	0,5	0,5	2,0
Диффузионная камера	Необходима	Необходима	Необходима
Полная длинна, мм	195-200	195-200	195-200
Диаметр выходной трубки, мм	6 -7	6 -7	6 -7
Длина колбы, мм	10-14	10-14	10-14
Диаметр выходной колбы, мм	4-6	4-6	4-6
Расположение шкалы:			
Нижняя часть от колбы до линии	-30	0	100
Интервал, мм	57-61	48-52	48-52
Длина шкалы измерения	115-135	115-135	115-13

Приложение Д.А
(информационное)

**Таблица Д.А 1 - Сведения о соответствии национальных стандартов
международным стандартам (международным документам)**

Обозначение ссылочного зарубежного стандарты (зарубежного документа)	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего государственного стандарта
ASTM D 6299 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы)	IDT	СТ РК ASTM D6299 - 2013 Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы ¹
EN ISO 3679 Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method (Определение температуры вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях)	IDT	СТ РК ИСО 3669 -2010 Определение температуры вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях
1 – Подлежит публикации		

УДК 628.153.6-034(089)

МКС 75.160

Ключевые слова: воспламеняющейся, огневой риск, воспламеняемый, температура вспышки, высоколетучесть

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана. Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24