



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

**ТАГА ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРАШЫНДА ТҮТАНУ ТЕМПЕРАТУРАСЫН
АНЫҚТАУ ӘДІСІ**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ
ТИГЛЕ ТАГА**

KP CT 2424-2013

*(ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by
Tag Closed Cup Tester, MOD)*

Ресми басылым

КазСтIn осы ұлттық стандарты ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester» негізделген, АСТМ Интернэшилл авторлық құқығы, РА 19428, АҚШ АСТМ Интернэшл рұқсатымен қайта басылады.

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

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫң ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАГА ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРАШЫНДА ТҮТАНУ ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСІ

КР СТ 2424-2013

*(ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by
Tag Closed Cup Tester, MOD)*

Ресми басылым

КазСтIn осы ұлттық стандарты ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester» негізделген, АСТМ Интернэшнл авторлық құқығы, РА 19428, АҚШ АСТМ Интернэшнл рұқсатымен кайта басылады.

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

Астана

Алғысөз

1 «Мұнай және газ акпараттық-талдамалық орталығы» акционерлік когамы ӘЗІРЛЕП

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

2 Қазақстан Республикасы индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Тәрағасының 2013 жылғы «28» карашадағы № 548-од Бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester (Тага жабық отбақырында тұтандыратын температурасын анықтау әдісі) американцы ұлттық стандартқа қатысы бойынша түрлендірілді.

Ағылшын тілінен аудармасы (en).

ASTM D 56-05 (2010) стандартын Мұнай өнімдері және майлау заттары жөніндегі D02 комитетінің D02.08 «Ұшпалығы бойынша» ішкі комитеті әзірлеdi.

ҚазСТИн аталған ұлттық стандартты ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester» негізделген, ASTM Интернәшил авторлық құқығы, РА 19428, АҚШ. ASTM Интернәшил рұқсатымен қайта басылады.

Осы ұлттық стандартты дайындау үшін пайдаланылған шетелдік стандарттардың, олардың аудармаларының және сілтемелері берілген шетелдік стандарттардың ресми даналары Нормативтік техникалық құжаттардың бірынғай қорында болады.

Американдық ұлттық стандарттың ресми нұсқасында берілген жекелеген сөз тіркестері, терминдер мемлекеттік және орыс тілінің және қабылданған терминология нормаларын сақтау мақсатында, сондай-ақ мемлекеттік техникалық реттеу жүйесінің құрылу ерекшеліктеріне байланысты өзгерілген немесе синоним сөздермен ауыстырылған.

Сілтемелерді ауыстыру туралы акпарат Е.1 қосымшасында берілген Сәйкестік дәрежесі – түрлендірілген (MOD).

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕНДІЛІГІ**

2018 жыл
5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық сілтемесінде, ал өзгерістер мен түзетулер мәтіні – ай сайын шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемелерінде жарияланады. Осы стандарт қайта қаралатын (аудыстырылатын) немесе жойылатын жағдайда тиісті хабарлама ай сайын шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрія және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатының ресми басылым ретінде толыктай немесе ішінара шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

	Кіріспе	V
1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	2
3	Терминология	3
4	Әдістің мәні	4
5	Әдістің мәні және қолданылуы	4
6	Қолмен басқарылатын аспап	5
7	Сынамаларды іріктеу	5
8	Қолмен басқарылатын аспапты дайындау	6
9	Қолмен басқарылатын аспапты пайдаланып сынактар өткізу	8
10	Автоматты басқаруы болатын қондырығы	10
11	Автоматты басқаруы болатын қондырығыны дайындау	10
12	Автоматты басқаруы болатын қондырығыны пайдаланып сынак өткізу	11
13	Сынақ хаттамасы	13
14	Әдістің дәлдігі және ауытқуы	13
	А.1 қосымшасы (міндетті) Аспап	15
	А.2 қосымшасы (міндетті) Аппаратураның жұмыс істеуін тексеру	20
	X.1 қосымшасы (ақпараттық) Тұтану температурасының «бүркемелену» құбылысы	24
	X.2 қосымшасы (ақпараттық) Қоспалардың тұтану және жалындау температурасын анықтау	25
	Е қосымшасы (ақпараттық) Түрлендірілген ұлттық стандарттың тізбесі	26

Kіріспе

Сыналатын өнімнің тұтану температурасын аныктаудын осы әдісінде талап етілетін дәлдікті қамтамасыз ету үшін берілген жылдамдықпен арттырады. Алайда, қыздыру жылдамдығының реттелуі әрқашан кейір материалдардың тәменгі жылу өткізгіштігі нәтижесінде талап етілетін сынақ дәлдігін қамтамасыз етпейді. Барынша тәмен қыздыру жылдамдығын колданатын тұтаныштықты алдын ала бағалау әдісіне ASTM D 3941 әзірленген. ASTM D 3941 берілген әдіс сүйкітықтың үстіндегі будын және сүйкітықтың шамамен бірдей температурасы болатын кезде тенестірілетінге жуық жағдайда сынактар өткізуі көздейді. Егер мұнай өнімдеріне арналған стандартта ASTM D 56 берілген әдіс бойынша сынак көзделген болса, ASTM D 3941 берілген әдісті қолданбау немесе басқа әдістер бойынша сынак өткізуі керек. Тұтану температурасының мәні аспаптың құрастырылымына, оны пайдалану шарттарына және қолданылатын аныктау әдісіне байланысты. Сондықтан тұтану температурасын стандартталған сынак әдісі бойынша ғана аныктауга болады және көзделген сынак әдісінен ерекшеленетін сынак жабдығын немесе әртүрлі сынак әдістерін пайдаланған кезде алынатын нәтижелер арасында арақатынас орнатуға болмайды.

KP CT 2424-2013

**ТАГА ЖАБЫҚ ОТБАҚЫРЫНДА ТҮТАНУ
ТЕМПЕРАТУРАСЫН АНЫҚТАУ ӘДІСІ**

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

1.1 Осы стандарт қолмен және автоматты басқарылатын аспаптарда жабық отбақырды пайдаланып, 40 °C (104 °F) температура кезінде тұтқырлығы 5,5 mm²/с сантиСтокс (бұдан әрі - сСт) кем немесе 25 °C (77 °F) температура кезінде 9,5 mm²/с (сСт) кем сұйық мұнай әнімдерінің тұтану температурасын анықтау әдісін белгілейді. Осы стандарт тұтану температурасы 93 °C (200 °F) тәмен сұйықтықтар үшін қолданылады.

1.1.1 Тұтқырлығы 40 °C (104 °F) температура кезінде 5,5 mm²/с (сСт) немесе 25 °C (77 °F) тұтқырлығы кезінде тұтқырлығы 9,5 mm²/с (сСт) немесе артық 93 °C (200 °F) немесе жоғары тұтану температурасымен сұйықтықтардың, сондай-ақ бетінде үлдір түзетін немесе қатты жұзғін бөлшектер болатын сұйықтықтардың жабық отбақырда температурасын анықтау үшін ҚР СТ ИСО 2719 бойынша әдісті пайдаланады.

1.1.2 Тотықтырылған битумдар үшін ASTM D 1310 және ASTM D 3143 анықтау әдістерін қолданады.

ЕСКЕРТПЕ: АҚШ Көлік министрлігі (RSTA) 2 және АҚШ Енбек министрлігі (OSHA) тұтану температурасы 37,8 °C (100 °F) тәмен сұйықтықтың тез тұтаныш болып табылатынын аныктады. Бұл тұтқырлығы 40°C (104°F) температура кезінде 5,5 mm²/с (сСт) кем немесе 25 °C (77 °F) температура кезінде 9,5 mm /с (сСт) немесе кем болатын сұйықтықтар, сондай-ақ қатты жұзғіш бөлшектер болмайтын және сынақ уақытында үлдір түзбейтін сұйықтықтар үшін осы стандарты әдісі бойынша аныкталды. Тұтану температурасы бойынша жанғыш сұйықтықтардың басқа топтары аталған әдіс пайдаланылып аныкталды.

1.2 Осы әдіс материалдардың, әнімдердің немесе зертхана жағдайларында бақыланатын қызыдыру және жандыру кезінде олардың құрамына кіретін қурауыштарының қасиеттерін анықтау және сипаттау үшін пайдаланылуы мүмкін, бірақ нақты жағдайларда материалдардың, әнімдердің немесе олардың құрамына кіретін қурауыштарының жануы кезіндегі қаупін немесе тұтануы кезіндегі тәуекелін анықтау немесе бағалау үшін пайдаланыла алмайды. Дегенмен, осы әдіс бойынша сынау кезінде алынған інтижелерді әнімді түпкі пайдалану кезінде тәуекелді бағалауға жататын барлық факторларды ескеретін тұтанудың пайда болу қаупін бағалау үшін пайдалануга болады.

КР СТ 2424-2013

1.3 Осы стандарт КР СТ ИСО 2719, КР СТ ASTM D3828-2013, ASTM D 1310 ASTM D 3278 және ASTM D 3941 стандарттарымен өзара байланысты.

1.4 ӘЖ бірліктерінде әрнектелген мәндер стандарттық болып саналады. Жақшаларда көрсетілген мәндер анықтамалық болып табылады.

1.5 **АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ!** Сынапты орталық жүйке жүйесінің, бүйрек пен бауырдың закымдануын тудыруы мүмкін қаупті материал ретінде көптеген реттеуші органдар анықтаған болатын. Сынап немесе оның булары денсаулық және материалдардың жемірлуі үшін қаупті болуы ықтимал. Құрамында сынап болатын әніммен және сынаппен жұмыс жасағанда сақтық шараларын сактау керек. HTTP сайтында бәлшектер жіне ERA үшін (MSDS) материалдарының қаупсіздігі бойынша караныз:/ / www.era.gov / Меркурий / faq.htm- қосымша акпарат үшін. Пайдаланушылар сынапты және немесе құрамында сынап болатын әнімдерді сатуға коршаған ортаны корғау саласындағы заңнамамен тыыйм салынғаны туралы хабардар болуға тиіс.

1.6 Осы стандарттың мақсаты оны қолданумен байланысты барлық қаупсізділік проблемаларын қарастыру болып табылмайды. Осы стандартты пайдаланушыға қаупсіздік техникасын сактау, денсаулықты қорғау үшін жауапкершілік жүктеледі және оны қолдануга дейінгі реттеуші шектеулерді пайдалану қажеттігін анықтайды. Ерекше ескертгүлер 8.2 және 8.3, 9.5, 12.5, сондай-ақ материалдардың қаупсіздігі жәніндегі анықтамалыктарда берілген.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет. Күні қойылмаған сілтемелер үшін сілтемелік құжаттың соңғы басылымын қолданады (оның барлық әзгерістерін қоса алғанда).

2.1 Стандарттар:

КР СТ ИСО 2719-2005 Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбакырмен Мартенс –Пенскийдің аспабы пайдаланылатын әдіс.

КР СТ ИСО 3170-2006 Мұнай және мұнай әнімдері. Сынамаларды колмен іріктеу әдістері.

КР СТ ASTM D3828-2013 Шағын әлшемдегі жабық тигельде тұтану температурасын анықтау әдістері.

КР СТ ASTM D6300-2013 Мұнай әнімдері және майлау заттары үшін тестілеу әдістерінде пайдаланылатын дәлдік пен дәлсіздікті анықтауға арналған нұсқау.

КР СТ ASTM D6299-2013 Жүйе әнімділігіне талдамалық шараларды бағалау үшін әнімге статистикалық талдаулар мен бакылау жұмыстарының әдістерін қолдануға арналған нұсқау.

ASTM D 1310:2007 Test Method for Flash Point and Fire Point of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus (Ашық отбакыры бар Taga кондырғысында

сұйықтықтардың тұтандық температурасын және жану температурасын анықтау әдісі).

ASTM D 3143:2008 Test Method for Flash Point of Cutback Asphalt with Tag Open-Cup Apparatus (Ашық отбакыры бар Тара кондырғысында тотықтырылған битумдардың тұтандық температурасын анықтау әдісі).

ASTM D 3278:2011 Test Methods for Flash Point of Liquids by Small Scale Closed-Cup Apparatus (Межелігі аз жабық отбакыры бар кондырғыда сұйықтықтардың тұтандық температурасын анықтау әдістері).

ASTM D 3941:2007 Test Method for Flash Point by the Equilibrium Method With a Closed-Cup Apparatus (Жабық отбакыры бар кондырғыда тепе-тендік жағдайында тұтандық температурасын анықтау әдісі).

ASTM E 1:2013 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers (ASTM әйнекті сұйық термометрлеріне койылатын техникалық талаптар).

ASTM E 502:2013 Test Method for Selection and Use of ASTM Standards for the Determination of Flash Point of Chemicals by Closed Cup Methods (Жабық отбакыры қолданылатын әдістермен химиялық әнімдердің тұтандық температурасын анықтау үшін ASTM стандарттарын тандау және пайдалану жөніндегі нұсқау).

2.2 Сынақ әдістеріне арналған федералдық стандарттар¹⁾

Method 1101, Federal Test Method Standard No. 791b (№ 791b Сынақ әдісіне арналған федералдық стандарт).

Method 4291, Federal Test Method Standard No. 141A (№ 141A Сынақ әдісіне арналған федералдық стандарт).

2.3 Стандарты ISO²⁾:

Guide 34:2009 General Requirements for the Competence of Reference Material Producers ИСО 34 нұсқауы Эталондық материалдар өндіру бойынша сапа жүйелері).

Guide 35:2006 Certification of Reference Materials—General and Statistical Principles (ИСО 35 нұсқауы Эталондық материалдарды сертификаттаяу. Жалпы және статистикалық ұстанымдар).

3 Терминология

Осы стандартта тиісті анықтамалары бар мынадай терминдер қолданылады:

¹⁾ Government Printing үйіміндеғи құжаттар бекілімінен алуға болады, Вашингтон DC 20402.

²⁾ Америка ұлттық стандарттар институтынан алуға болады (ANSI), 25 W, 43-көше, 4-кабат, Нью-Йорк, NY 10036.

3.1 Анықтамалар

3.1.1 тұтандық температура: Тұтандыру құрылғысын қолдану берілген сынақ жағдайында сыналатын сынама буларының тұтандыруын 101,3

КР СТ 2424-2013

кПа (760 мм сын. бағ.) барометрлік қысымға бағытталған ең тәменгі температура.

3.1.1.1 Егер ол пайда болған соң жалын сұйықтықтың барлық бетіне лезде таралатын болса, сыналатын сынама тұтанған болып саналады.

3.1.1.2 Егер тұтандыру құралы жалын тусетін болса, оның кәгілдір сөүлесі және тұтану температурасына жеткенге дейінгі ұлғайтылған кәлемдері болуы мүмкін. Бұл тұтанған болып саналмайды және сынак нәтижелеріне назар салмау керек.

3.2 Осы стандартта белгіленген терминдер анықтамалары

3.2.1 Динамикалық (тенестірілмеген) жағдайлар: Аспаптагы сыналатын сынаманың үстіндегі будың және сынаманың өзінің тұтандыру құрылғысын қолдану уақытында әртүрлі температурасы болатын кездегі тұтану температурасын анықтау жағдайы.

3.2.1.1 Мұндай жағдайлар берілген тұракты жылдамдықпен сыналатын сынаманы қыздырған кезде сыналатын сынаманың температурасына қатысты бу температурасының кешігір орын алатындықтан пайда болады. Сынақ нәтижесінде алынатын тұтану температурасы аталаған әдістің әндірімділік шегінде болады.

3.2.2 Тұтану температурасын немесе сынак әдісін анықтауға арналған аспаптағы тенестірілетін жағдайлар: Сыналатын сынаманың үстіндегі будың және сынаманың өзінің тұтандыру құрылғысын қолданған кезде бір ғана температурасы болатын жағдай.

3.2.2.1 Сынама температурасы оның әртүрлі нүктелерінде бірдей болмайтындықтан, мұндай жағдайға практикада қол жеткізу мүмкін емес, ал сынақ аспабының түркі мен қақпағының барынша тәмен температурасы болады.

4 Әдістің мәні

4.1 Сыналатын сынаманы аспаптың отбакырына салады және жабық қақпақ кезінде тұракты жылдамдықпен бағу қыздырады. Бірдей уақыт аралығында тұтандыру құрылғысын отбакырға әкеліп салады. Тұтандыру құрылғысы сыналатын сынаманың үстіндегі будың жалындаудың тудыратын кездегі ең тәменгі температуралы тұтану температурасы деп санайды.

5 Әдістің мәні және қолданылуы

5.1 Тұтану температурасы әнімнің бакыланатын зертхана жағдайларында ауамен бірге жалындау коспасын түзу қабілетін сипаттайты. Тұтану температурасы материал жанғыштығының қаупін бағалау кезінде ескерілуі керек кәрсеткіштердің бірі болып табылады.

5.2 Тұтану температурасы туралы мәліметтерді тұтанатын жанғыш

әнімдердің сипаттамасы үшін жүктерді тасымалдау және қауіпсіздік жәніндегі нұсқаулықтарды әзірлеген кезде пайдаланады. Белгілі бір жанғыштық тобына әнімді жатқызу туралы мәліметтерді тиісті құжаттардан табуга болады.

5.3 Тұтану температурасы ұшпа емес немесе тұтанбайтын әнімге қатысты ұшпалығы жоғары және тұтанғыш құрауыштар туралы растай алады. Мысалы, жермай сынамасының тән емес тәменгі тұтану температурасы бензин қоспасының қосылғандығын көрсете алады.

6 Қолмен басқарылатын аспап

6.1 Жабық отбақыры бар Taga аспабы – Аспап 1-суретте берілген, аспаптың сипаттауы A.1 қосымшасында берілген.

6.2 Экран – Алдыңғы жағынан ашық болатын ені 460 мм және биіктігі 610 мм экранды пайдалану үсінілады.

6.3 Термометрлер – Отбақыр үшін 1-кестеге сәйкес термометрлердің біреуін пайдаланады. Ванна үшін қажетті әлшеу ауқымындағы ашық межелігі бар кез келген қолайлы термометрді пайдаланады. Отбақырга арналған сиякты типтегі термометрді пайдаланған ынғайлырақ.

ЕСКЕРТПЕ: ASTM талаптарына сәйкес келетін термометрлердің орнына Мұнай институтының талаптарына сәйкес келетін термометрлерді пайдалануға болады (IP 15C PM-Low термометр).

7 Сынамаларды іріктеу

7.1 Тұтану температурасының аса кәтерінкі мәндерін ұшпа әнімдердің кемуіне әкелетін сақтық шаралары сақталмаған кезде алады. Ұшпа әнімдердің кемуін және ылғалдың тұсуін болдырмау мақсатында, егер бұның қажеті болмаса, жұksауыттарды ашпау керек. Сынаманың орнын ауыстыруды сынама температурасы болжанатын тұтану температурасынан 10 °C (18 °F) тәмен болғанша іске асырмау керек. Мүмкіндігінше, тұтану температурасын анықтау сынамада әткізілетін алғашқы сынап болуға тиіс, сондықтан сынама тәменгі температурада сақталуға тиіс.

7.2 Тез тарағыш әнімдер түркінін қабыргалары арқылы жентектелетін болғандықтан, газ әткізгіш материалдардан дайындалған жұksауыттарда сынамаларды сақтауға жол берілмейді. Саңылаулы жұksауыттарда болатын сынамалар сынаптар кезінде сенімді нәтижелер көрсетпейді.

1-кесте – Термометрлер

Сынакка арналған термометрді белгілеу			
Термометр ^A ASTM	4 °C (40 °F) тәмен температура кезінде	4 °C бастап 49 °C (40 °F - 120 °F) дейінгі температура кезінде	49 °C (120 °F) жоғары температура кезінде
	57 °C немесе (57°F)	9 °C немесе (9°F) 57 °C немесе (57°F)	9 °C немесе (9°F)

^AТермометрлereге қойылатын техникалық талаптар ASTM E 1 техникалық шарттaryнда берілген.

7.3 Әрбір сынакка арналған сынаманың көлемі кемінде 50 мл болуға тиіс. Сынамаларды КР СТ ИСО 3170 талаптарына сәйкес іріктең алады.

8 Қолмен басқарылатын аспапты дайындау

8.1 Аспапты ортныкты тегіс үстінгі бетке орнатады, мысалы, үстелде. Егер сынектарды байкалатын аяу қозғалысы орны алатын үй-жайда әткізсе, аспапты үш жағынан аяу қозгаласынан корғау үшін экранмен коршайды. Тарту шкафына немесе жедеткіштергеткілей жақындықта сынектар әткізбек керек.

8.2 Тұтандыру ретінде электрлік тұтандыргышы бар табиги және сүйытылған газ жалынын пайдалану ұсынылады.
(АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ! Аспапқа берілетін газ қысымы 3 кПа аспауға тиіс .

8.3 13 °C (55 °F) тәмен немесе 60 °C (140 °F) жоғары тұттану температурасын анықтаған кезде ваннаға арналған сүйықтық ретінде 1 : 1 арақатынасындағы су мен этиленгликоль қоспасын пайдаланады.
(АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ! Этиленгликоль - у. Ағзаның ішінде ішпіне түскен кезде аса қауіпті. Булары зиянды. Теріре тиіп кетуін болдырмау керек).

13 °C (55 °F) бастап 60 °C (140 °F) дейін қоса алғандағы ауқымда тұттану температурасын анықтаған кезде ваннаға арналған сүйықтық ретінде суды не су мен этиленгликоль қоспасын пайдалануға болады. Сынак отбақырындағы сынаманың орнын ауыстырган кезде ваннадағы сүйықтықтың температурасы әнімнің болжанатын температурасынан кемінде 10 °C (18 °F) тәмен болуға тиіс. Оған құрғақ мұз салу арқылы (қатты көмірсу диоксиді) ваннадағы сүйықтықты салқындуату ұсынылмайды.

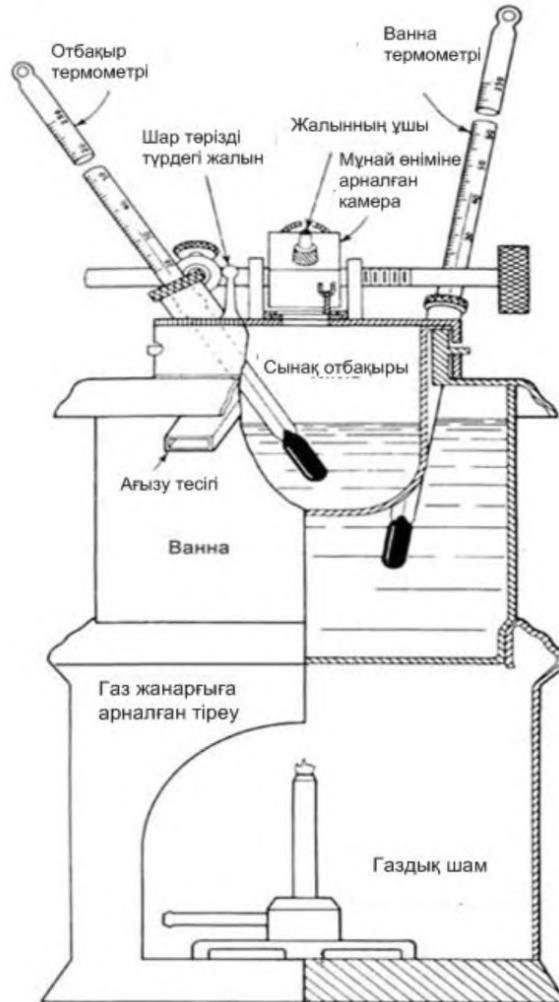
ЕСКЕРТПЕ: Температуралың берілген жылдамдығының артуының сакталуымен және аспап қақпағында мұздың түзілімен байланысты ықтимал киындықтардың

туындауы салдарынан 0 °C (32 °F) төмөн тұттану температурасымен сынамаларды сұнаудың осы әдісінің нәтижелері сенімсіз болуы мүмкін. Қозғалмалы элементте (қакпакта) мұздың пайда болуынан туындайтын киындықтарды элементті жоғары вакуумды силиконды майлаумен мұқият майлау арқылы барынша азайтуға болады.

8.4 Қолмен басқарылатын аспаптың (немесе автоматты түрде басқарылатын аспаптың, 11.2.3 қараныз) жұмыс істеуін аттесттап алған стандарттық үлгілердің (CRM) тұттану температурасын анықтау арқылы жылына бір реттен сирек етпей тексереді, мысалы, тұттану температурасы сынамалатын сынамалардың болжанатын тұттану температурасына жуық A.2 қосымшасында берілгендердің. Стандарттық үлгілерді осы стандарттың әдісі бойынша, ал тұттану температурасының қадағаланатын мәндерін 9.5 бойынша сыйнайды, барометрик қысымға бағытталып дұрысталуға тиіс (13-бәлім). Тұттану температурасының алынған мәндері атап алған стандарттық үлгілер үшін A2.1 кестесінде немесе кестеде берілген стандарттық үлгілер үшін есептелеңген мәндердің ауқымы шегінде болуға тиіс (A.2 қосымшасы).

8.5 Аспаптың жұмыс істеуін тексерген соң қайталама жұмыстық коспалардың (SwSs) тұттану температурасының олардың шекті бакылау мәндеріне сәйкестігі анықталуы мүмкін. Осы қайталама жұмыстық коспаларды кейін кезекті тексерулерде пайдалануға болады (A.2 қосымшасы).

8.6 Егер анықталған тұттану температурасының мәндері 8.4 немесе 8.5 кәрсетілген мәндер ауқымына түсбелін болса, аспаптың A.1 қосымшасында берілген талаптарға сәйкестігіне және бірінші кезекте қакпактың саңылаусыздығына (A.1.1.3 қараныз) көз жеткізу мақсатында, қакпактың жұмысының, тұтандыру құрылғысының орналасуын (A.1.1.3.3) және термометрдің орналасу бұрышының (A.1.1.3.4 қараныз) жай-куйін және жұмысын тексереді. Кез келген реттеуді жүргізген соң, атап алған сынақ әдісінің барлық талаптарын орындағанда отырып және синалатын жаңа синаманы пайдалана отырып, 8.4 берілген синақты қайталайды.



1-сурет – Тұтану температурасын анықтауға арналған жабық отбакыры бар қолмен басқарылатын Taga аспабы

9 Қолмен басқарылатын аспапты пайдаланып сынақ әткізу

9.1 Өлшемделген цилиндрді пайдалана отырып және деңгей таңбасынан жоғары отбакыр қабыргасының сулануына жол бермей, $(50 \pm 0,5)$ мл сүйектікты әлшеп алады және сынаманы отбакырга салады. Қажет болған кезде сынаманы және өлшемделген цилиндрді ертерек анықтаған кезде сыналатын сынаманың температурасы тұтану температурасы $(27 \pm 5)^\circ\text{C}$ [$(80 \pm 10)^\circ\text{F}$] құрайтындей және 10°C (18°F) қаражанда кемінде болжанатын

тұттану температурасынан кем тәмен болатында етіп салқыннатады (олардың қайсысының тәмен болатындығына байланысты). Сыналатын сынаманы жұксауыттан цилиндрге және цилиндрден сынақ отбақырына ауыстыратын уақытта болжанатын тұттану температурасынан кемінде 10 °C (18 °F) қараганда кем болатын тәмен температурасын ұстап тұру Ѽте маңызды. Пышақтың ұшымен немесе ынғайлы затпен сыналатын сынаманың үстінен су көпіршіктерін кетіреді. Ылғал сініретін таза шүберекпен немесе сулықпен қақпақтың ішкі бетін құрғатып сұртеді, содан соң ваннаның дәңгелек шығынқысында термометрі бар қақпақты бекітеді.

9.2 Қақпақта сынақ жалынын (егер пайдаланылатын болса) жағады және оны нысан бойынша кішкентай шарға жақын болатында етіп реттейді. Қақпақтағы тетік арқылы жағу құрылғысын отбақырдың булар болатын бәллігіне апарады және кешіктірмей дереу апарады. Осы операцияны орындау үшін қажетті уақыт жалынды апару және шығару үшін уақыт кезеңі бірдей болатын жағдайда 1 с құрауга тиіс. Жағу құрылғысын түсіру және көтеру бойынша операция кідірілмей орындалуға тиіс. Егер жағу құрылғысын бастапқы түсіру кезінде тұттану байқалатын болса, сынақты тоқтатады және нәтижесін ескермейді. Мұндай жағдайда жана сынаманы сынаманың бастапқыда белгіленген температурасынан тәмен 10 °C (18 °F) қосымша салқыннату қажет.

9.2.1 Сынақ жалынына абайлап қараша керек. Егер жалын сәнетін болса, сынаманың тұттануы болмайды және булармен кеңістікке келіп түсетін газ нәтижеге әсер етуі мүмкін. Жалын егер уақытынан бұрын сәніп қалса, сынақты дереу тоқтату керек және осы анықтау нәтижесін есепке алмайды.

9.3 60 °C (140 °F) тәмен тұттану температуrasesы

Егер сынаманың тұттану температуrasesы 60 °C (140 °F) тәмен екендігі белгілі болса, сынаманы оның температуrasesы $1\text{ °C}/\text{мин} \pm 6\text{ с}$ ($2\text{ °F}/\text{мин} \pm 6\text{ с}$) көтерілетіндей етіп қыздырады. Отбақырдағы сыналатын сынаманың 5 °C (10 °F) температуrasesы болжанатын тұттану температурасынан тәмен болса, тұтандыру құрылғысы арқылы сынаманы жағуды 9.2 сипатталған сияқты етіп ёткізеді және сыналатын сынама температуrasesы көтерілуінің әрбір 0,5 °C (1 °F) сайын қайталайды.

9.4 60 °C (140 °F) немесе жоғары тұттану температуrasesы

Егер сынаманың тұттану температуrasesы 60 °C (140 °F) немесе жоғары екендігі белгілі болса, қыздыруды сыналатын сынаманың температуrasesы $3\text{ °C}/\text{мин} \pm 6\text{ с}$ ($5\text{ °F}/\text{мин} \pm 6\text{ с}$) жылдамдықпен көтерілетіндей етіп реттейді. Сыналатын отбақырдағы сыналатын сынаманың температуrasesы оның болжанатын тұттану температурасынан 5 °C (10 °F) тәмен болатын кезде, тұтандыру құрылғысы арқылы сынаманы жағуды 9.2 сипатталған сияқты етіп ёткізеді және сыналатын сынама температурасының әрбір 1 °C (2 °F) көтерілуі сайын қайталайды.

9.5 Тұтандыру құрылғысы арқылы сынаманы жаққан кезде 3.1.1 сипатталған сияқты іштегі анық шыққан жалын түзеледі, байқалатын температура мәнін сынадатын сынаманың тұтану температурасының мәнін жазып алады.

Накты тұтануы алдында тікелей кейде тұтандыру құрылғысын қоршайтын көтілдір сәулемен осы тұтануды шатастырмау керек. **(АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ! Кейбір құрамында галоген болатын көмірсулар коспалары үшін, мысалы, хлорлы метилен немесе три- хлорэтилен, анықталғандай, айқын тұтану байқалмайды. Сынақ жалынының айтарлықтай артуының (сәулесіз) орнына, сынақ жалыны түсінін көгілдірден қызығылт сарыға әзгеруі болады. Қоршаған орта температурасынан асатын температура көзінде осындай сынамаларды сынау және ұзак қыздыру әртіг туындау қаупін арттыратын сынақ отбакырының шегінен шығатын булардың жануына экелуі мүмкін (Х.1 және Х.2 қосымшалары).**

9.6 Сынақты тоқтатады және тұтандыру құрылғысын жинаиды. Қақпакты кәтеріп, термометр шарын сүртеді. Отбакырды алып, ішіндегісін тәгеді және отбакырды кептіріп сүртеді.

9.7 Егер тұтандыру құрылғысының алғашқы апарудан бастап тұтану температурасын анықтағанға дейінгі сынақ әткізуідің кез келген сәтінде сынадатын сынама температурасының арту жылдамдығы талапетіletін жылдамдыққа сәйкес келмейтін болса, сынақты тоқтатады, осы анықтау нәтижесін есепке алмайды. Сынақты кейін қыздыру құрылғысын температуралың қажетті арту жылдамдығына кол жеткізетіндегі етіп реттей немесе болжанатын тұтану температурасының мәнін немесе екеуін де пайдалана отырып, қайталаиды.

9.8 Бұрын пайдаланылған сынаманы қайта пайдалануға жол берілмейді. Қайта сынау үшін тек қана жаңа сынаманы пайдалану қажет.

10 Автоматты түрде басқарылатын қондырғы

10.1 Тұтану температурасын анықтау үшін соның көмегі арқылы 9-бөлімге сәйкес сынақ әткізуге болатын автоматты басқаруы бар осындай құрылғыны пайдаланады. Қондырғыда газ жанаарғы немесе электрлік электрод жағушы электрорд пайдаланылуы мүмкін. Отбакыр кәлемдері мен қақпактар A.1.1 және A.1.2 суреттерінде көрсетілген.

10.6 Тұтану температурасы тәмен сынамаларды сынау үшін қыздыру ваннасы үшін салқындуату жүйесі талап етілуі мүмкін.

11 Автоматты басқаруы болатын қондырғыны дайындау

11.1 Аспапты айтарлықтай ауа қозғалысы болмайтын үй-жайда орнықты тегіс бетке, мысалы үстелде, орнатады. Қондырғыны ауа қозғалысынан қалкамен корғау жақсы практика болып табылады, бірақ талап емес.

11.6 Автоматты түрде басқарылатын қондыргыны пайдалануши жабдықты калибрлеу, салыстырып тексеру және жұмыс істеуіне қатысты дайындаушының мынадай нұсқаулықтарын сактауға тиіс.

11.2.1 Детектрлеу жүйесін дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес ретке келтіреді.

11.2.2 Температуранны өлшеу құрылғысын дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес калибрлейді.

11.2.3 Автоматты түрде басқарылатын қондыргының жұмыс істеуін аттесттаптапстанарттық үлгінің (CRM) тұтану температурасын анықтау арқылы жылына бір реттен сирек етпей тексереді, мысалы, тұтану температурасы сынамалатын сынамалардың болжанатын тұтану температурасына жуық A.2 қосымшасында берілгендердін. Стандарттық Үлгілерді осы стандарттың әдісі бойынша, ал тұтану температурасының қадағаланатын мәндерін 9.5 бойынша сынайды, барометрлік қысымға бағытталып дұрысталауға тиіс (13-бölім). Тұтану температурасының алынған мәндері атапстанарттық үлгілер үшін A.2.1 кестесінде немесе кестеде берілген стандарттық үлгілер үшін есептелген мәндердің ауқымы шегінде болуға тиіс (A.2 қосымшасы).

11.2.4 Аспаптың жұмыс істеуін тексерген соң қайталама жұмыстық қоспалардың (SwSs) тұтану температурасының олардың шекті бақылау мәндеріне сәйкестігі анықталуы мүмкін. Осы қайталама жұмыстық қоспаларды кейін кезекті тексерулерде пайдалануға болады (A.2 қосымшасы).

11.2.5 Егер анықталған тұтану температурасының мәндері 11.2.3 немесе

11.2.4 көрсетілген мәндер ауқымына түспейін болса, аспаптың A.1 қосымшасында берілген талаптарға сәйкестігіне және бірінші кезекте қақпактың санылаусызығына (A.1.1.3 қараңыз) көз жеткізу мақсатында, қақпактың жұмысының, тұтандыру құрылғысының орналасуын (A.1.1.3.3) және термометрдің орналасу бұрышының (A.1.1.3.4 қараңыз) жай-күйін және жұмысын тексереді. Кез келген реттеуді жүргізген соң, атапстан сынап әдісінің барлық талаптарын орындаі отырып және сыналатын жаңа сынаманы пайдалана отырып сынакты қайталайды (11.2.3 қараңыз).

12 Автоматты түрде басқарылатын қондыргыны пайдаланып сынап әткізу

12.1 Егер бұл талап етілетін болса, сыртқы салқыннату жүйесін болжанатын тұтану температурасынан 10 °C тәмен болған температураға дейін ванна сұйықтығын салқыннату үшін реттейді.

12.2 Қондыргыға қажетті күйінде сыналатын отбакырды қояды.

12.3 Болжанатын тұтану температурасы туралы деректер енгізеді; бұл қыздыру ваннасы бетінің талап етілетін минималды бастапқы температураға дейін салқыннатылуына мүмкіндік береді.

ҚР СТ 2424-2013

1-ЕСКЕРТПЕ: Егер сыналатын сынаманың температурасы тәмен болса, тиісті қыздыру жылдамдығын белгілеу үшін отбақыр мен қақпақты алдын ала салқыннату ұсынылады. Бұл ушін қақпағы бар отбақырды жинағымен бағдарламаланған болжанатын тұтану температурасынан 10°C (18°F) тәмен салқыннатылған құрылғыға салады.

2-ЕСКЕРТПЕ: «Белгісіз тұтану температурасы» режимінде анықталған тұтану температурасының мәнін жуыктамалы ретінде қарастыру керек. Бұл мәнді қондырығының жұмыс істеуінің стандарттық режимінде сыналатын жана сынаманы сынаған кезде болжанатын тұтану температурасы ретінде пайдалануға болады.

12.4 Өлшемделген цилиндрді пайдалана отырып және деңгей таңбасынан жоғары отбақыр қабырғасының сулануына жол бермей, ($50 \pm 0,5$) мл сұйықтықты өлшеп алды және сынаманы отбақырға салады. Қажет болған кезде сынаманы және өлшемделген цилиндрді ертерек анықтаған кезде сыналатын сынаманың температурасы тұтану температурасы (27 ± 5) $^{\circ}\text{C}$ [(80 ± 10) $^{\circ}\text{F}$] құрайтында және 10°C (18°F) карағанда кемінде болжанатын тұтану температурасынан кем тәмен болатында етіп салқыннатады (олардың қайсысының тәмен болатындығына байланысты). Сыналатын сынаманы жұқсауыттан цилиндрге және цилиндрден сынақ отбақырына ауыстыратын уақытта болжанатын тұтану температурасынан кемінде 10°C (18°F) карағанда кем болатын тәмен температурасын ұстап тұру ётсе маңызды. Пышактың ұшымен немесе ынғайлы затпен сыналатын сынаманыңұстінен су көпіршіктерін кетіреді. Ылғал сініретін таза шүберекпен немесе сулықпен қақпақтың ішкі бетін құрғатып сүртеді, содан соң ваннаның дәнгелек шығынқысында термометрі бар қақпақты бекітеді. Егер олармен қондырығы жарақталған болса тұтандыру құрылғысының ысырмасы мен белсендіргішін, тұрқымен қақпақты жалғайды. Газ жанарғыны пайдаланған кезде оны жағады және жалынды оның диаметрі 4 мм болатында етіп реттейді. Егер қондырығы электрлік тұтандыру қондырығымен жарақталған болса, оны дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес ретке келтіреді. Жағу құрылғысын түсіру және көтеру бойынша операция кідіртілмей орындалуға тиіс. Егер жағу құрылғысын бастапқы түсіру кезінде тұтану байқалатын болса, сынакты тоқтатады және нәтижесін ескермейді. Мұндай жағдайда жаңа сынаманы сынаманың бастапқыда белгіленген температурасынан тәмен 10°C (18°F) қосымша салқыннату қажет.

3-ЕСКЕРТПЕ: Тұтану температурасын анықтау жүйесін немесе температураны әлшеу құрылғысын бұлдіріп немесе жайпап тастамау үшін, қақпақты тазартқанда немесе орнатқанда абылайу керек. Қондырығыны тиісінше күтіп-ұстау және сақтау бойынша дайындаушының нұсқаулықтарын орындау қажет.

12.5 Қондырығы автоматты түрде осы стандарт әдісінде белгіленген сынактың әткізуін бақылайды. Тұтану пайда болған кезде аспап температураны тіркейді және сынакты автоматты түрде тоқтатады. Егер тұтандыру құрылғысын алғашқы қолданған кезде үшкін пайда болатын

болса, сынақты токтатады, осы анықтау нәтижесін есепке алмайды және сынақты жаңа сынамамен қайталайды. (АЛДЫН АЛА ЕСКЕРТУ! Кейбір құрамында галоген болатын кәмірсулар қоспалары үшін, мысалы, хлорлы метилен немесе три- хлорэтилен, анықталғандай, айқын тұтану байқалмайды. Сынақ жалынының айтарлықтай артуының (сәулесіз) орнына, сынақ жалыны түсінің кәгілдірден қызылт сарыға өзгеруі болады. Қоршаған орта температурасынан асатын температура кезінде осындай сынамаларды сынau және ұзак қыздыру әртін тұындау қаупін арттыратын сынaқ отбакырының шегінен шығатын булардың жануына экелуі мүмкін (Х.1 және Х.2 қосымшалары).

12.6 Қондырғы қауіпсіз температураға дейін салқындастылатын кезде [55 °C тәмен (130 °F)], қакпағын алып, отбакырды шығарады, қондырғыны дайындаушының нұсқаулықтарына сәйкес тазартады.

13 Сынақ хаттамасы

13.1 Барометрлік қысымға түзету. Сынақ ёткізу уақытында және орнында барометрлік қысымның мәнін әлшеп жазып алады. Егер қысым 101,3 кПа (760 мм сын.бағ.) мәнінен ерекшеленетін болса, стандарттық барометрлік қысымға түзетіп тұтану температурасын есептейді:

- 1 Түзетілген тұтану температурасы = $C + 0,25 (101,3 - p)$
- 2 Түзетілген тұтану температурасы = $F + 0,06 (760 - P)$ (1)
- 3 Түзетілген тұтану температурасы = $C + 0,033 (760 - P)$,

мұндағы,

C – тіркелген тұтану температурасы, °C;

F – тіркелген тұтану температурасы, °F; p – барометрлік қысым, кПа;

P – барометрлік қысым, мм сын. бағ.

13.2 Есептеудерде пайдаланылатын барометрлік қысым – бұл сынaқ уақытындағы зертханадағы атмосфералық қысым. Кейбір, мысалы, метеорологилық стансалар мен әуежайларда пайдаланылатын анероидты барометрлер теніз деңгейінде көрсеткіштерді түсіріп алу үшін алдын ала түзетілген. Мұндай барометрлердің көрсеткіштерін пайдаланбайды.

13.3 Сынақ хаттамасында 0,5 °C (немесе 1 °F) дейінгі дәлдікпен түзетілген тұтану температурасын көрсетеді.

14 Әдістің дәлдігі мен ауытқуы

14.1 95 % сенімді ықтималдықпен нәтижелер дәлдігінің көрсеткіштерін караған кезде мынадай критерийлерді пайдаланады:

14.1.1 Сынақ әдісін дұрыс анықтаған кезде ұзак уақыт бойы бірдей сынадатын әнімде бірдей жағдайларда бір ғана жабдықта бір ғана оператор алатын тізбектік сынaқ нәтижелері арасындағы үқсастық-айырмашылық

ҚР СТ 2424-2013

жиырма жағдайдың біреуінде ғана мынадай мәндерден асатын болады:

Тұттану температурасы, °C (°F) Үқастық, °C (°F)

60 °C (140 °F) тәмен 1,2 °C (2,0 °F)

60 °C (140 °F) және жоғары 1,6 °C (3,0 °F)

14.1.2 Сынақ әдісін дұрпыс анықтаган кезде ұзак уақыт бойы бірдей синалатын әнімде әртүрлі зертханаларда жұмыс істейтін әртүрлі операторлар алатын екі жеке және тәуелсіз нәтижелер арасындағы әндірімділік-айырмашылық жиырма жағдайдың біреуінде ғана мынадай мәндерден асатын болады:

Тұттану температурасы, °C (°F) Әндірімділік, °C (°F)

60 °C (140 °F) 60 тәмен 4,3 °C (8 °F)

°C (140 °F) және жоғары 5,8 °C (10 °F)

14.2 Тага аспабында аталған әдіс жағдайында ғана тұттану температурасын анықтауға болатындықтан, осы стандарт әдісінен ауытқуды-ауытқуды анықтау мүмкін болмай отыр. Әткізілген зертханараптық сынақтар қолмен және автоматты басқарылатын аспаптар арқылы тұттану температурасын анықтау нәтижелерінің дәл келетіндігін растайды. Даулы жағдай туындастын жағдайда, тәрелік болып табылатын аспапты қолмен басқаруды қолданатын әдіс бойынша сынақ әткізілуге тиіс.

1-ЕСКЕРТПЕ: Әнімде хлор қосылған қосылыстардың және судың болуы қолмен және автоматты басқарылатын аспап арқылы алынатын нәтижелердің әрқиылышына әкелуі мүмкін. Мұндай әнімдер үшін дәлдік көрсеткіштері қолданыла алмайды.

2-ЕСКЕРТПЕ: Дәлдік көрсеткіштері сегіз әнім синаамасын синауды көздейтін бағдарламаны¹⁾ орындаған кезде 1991 жылы белгіленеді. Он екі зертхана қолмен басқарылатын аспапты пайдаланып және он жеті зертхана – автоматты түрде басқарылатын қондыргыны пайдаланып синақ әткізді. Синалатын әнімдер мен олардың тұттану температураларының мәндері есепте берілген.

¹ Қосымша ақпаратты ASTM Бас басқармасында сакталатын R.R:S15-1007 есебінен табуға болады.

А қосымшасы
(*mіndetтti*)

A.1 Аспап

А 1.1 Жабық отбакыры бар Тара аспабы

А 1.1.1 Жабық отбакыры бар Тара аспабы тәменде берілген талаптарға сәйкес келетін отбакырдан, тұтандыру құрылғысы бар қақпақтан және сүйкіткіштік болатын ваннадан тұрады:

А 1.1.2 Отбакыр жәзден және осындай жылу әткізгіштігі болатын баска тот баспайтын металдан дайындалуға және А.1.1 суретінде көрсетілген әлшемдері болуға тиіс.

A 1.1.3 Қақпақ

А 1.1.3.1 Tot баспайтын металдан дайындалған дәңгелек түрлі қақпақтың шамаман 15,9 мм тәменге шығып тұратын шенбері, сырғымалы ысырмасы, бір мезгілде ысырманы ашатын және тұтандыру құрылғысын басатын құрылғысы мен отбакыр термометріне арналған нығызыдауыш балдақ қойылатын көлбеу тәлкесі болады. А.1.2 суретінде қақпақтың жоғарғы тәбесі бейнеленген және ысырма арқылы ашылатын және жабылатын үш тесіктің орналасуы мен тесіктері, сондай-ақ отбакыр термометріне арналған тесіктің орналасуы мен кәлемдері көрсетілген.

А 1.1.3.2 Қақпақ шенбері сүйкіткіштік болтуындағы ваннаның дәңгелек шығындықтына тығыз етіп жабысуға тиіс, оның үстінде тесіктің шамасы қақпақ ваннада болатын отбакырдың жоғарғы жағына тығыздалып жабысуы үшін 0,4 мм аспауға тиіс. Егер осы талап сақталмайтын болса, отбакыр ернеуінін астынан орналастырылған жұқа металл балдақ арқылы ваннада обақырдың тігінен орналасуына қол жеткізу кажет.

А 1.1.3.3 Ысырма ол қақпақтағы барлық үш тесіктің «жабық» күйінде жабатындағы және оларды «ашық» күйінде толық ашатындағы нысанда және кәлемде болуға тиіс. Жалынмен әсер етуқурылғысының шүмелі (егер мұндай құрал пайдаланылатын болса) кәлемдері бойынша А.1.1 кестесінде көрсетілгенге сәйкес болуға тиіс. Тұтандыру құрылғысының тесікті ашатын ысырма қақпақ тесігінің ортасы арқылы әтетін кәлденен осытен онға қарай шамаммен 2 мм болатын нүктеде құрылғының ұштығын басатындағы құрастырылымы боуға тиіс (А.1.3 суреті). Тұтандыру құрылғысын шамамен тесіктің ортасына орнатады. Егер ұштығы толық түсірілетін болса, оның тәмнегінен бәлгілі қақпақ денгейінен тәмен болуға тиіс.

А 1.1.3.4 Отбакыр термометріне арналған нығызыдауыш балдағы бар тәлкені термометр шары А1.1 кестесінде көрсетілген аракашықтықта шамамен отбакырдың ортасында (кәлденененінен) болатындағы етіп бұрышының астынан орналастырады.

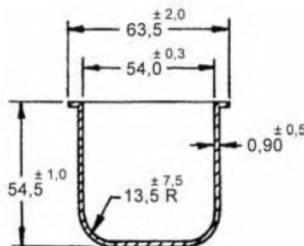
А 1.1.4 А.1.3 суретінде көрсетілген әлшемдері болатын сүйкіткіштік арналған ванна жәзден, мыстан немесе тот баспайтын баска да металдан дайындалуы мүмкін. № 20 B&S қалындығы 0,812 мм жайма металды

КР СТ 2424-2013

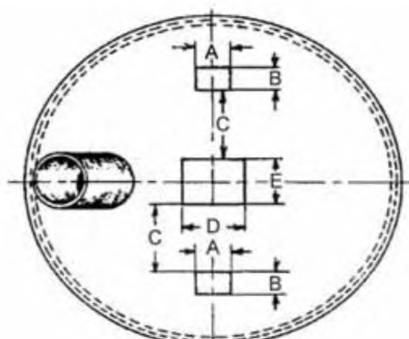
пайдаланған барынша дұрысырақ. Талап етілетін температураның сакталуын қамтамасыз ету үшін дұрысы жылу әткізгіш материалмен ваннаны қаптаған жөн.

А.1.1.5 9-бәлімге сәйкес температураны қамтамасыз ететін кез келген типтегі қыздыру аспабы (электрлік, газ және т.с.с.). Трансформатормен реттелетін электрлік қыздыру аспабын пайдалану ұсынылады.

А.1.1.6 Ваннаға арналған тіреу. Электрлік қыздыру аспабын пайдаланған кезде кез келген типтегі тіреуді пайдаланады. Спирттык шам немесе газ жанағры үшін қыздыру құрылғысын ауа қозғалысынан коргайтын, осы стандарттың 1-суретінде берілген тіреу талап етіледі (егер сынақтар ауаның айтартылғанда қозғалысы болатын үй-жайда әткізілетін болса).

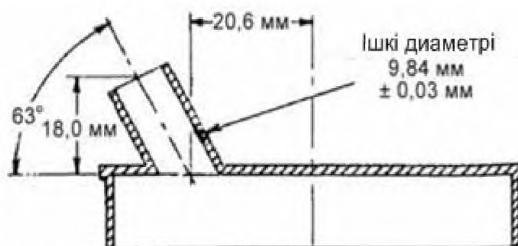


А.1.1 суреті -Сынамага арналған отбакыраш



А – 7,15 ММ
 В – 4,78 ММ
 С – 15,10 ММ
 Д – 11,92 ММ
 Е – 10,32 ММ

ЕСКЕРТПЕ: Барлық әлшемдердің (егер басқаша көрсетілмесе) – $\pm 0,13$ мм шақтамасы болады.



ЕСКЕРТПЕ: Термометрге арналған тәлкенін әлшемдері және орналасуы ұсынылатын болып табылады.

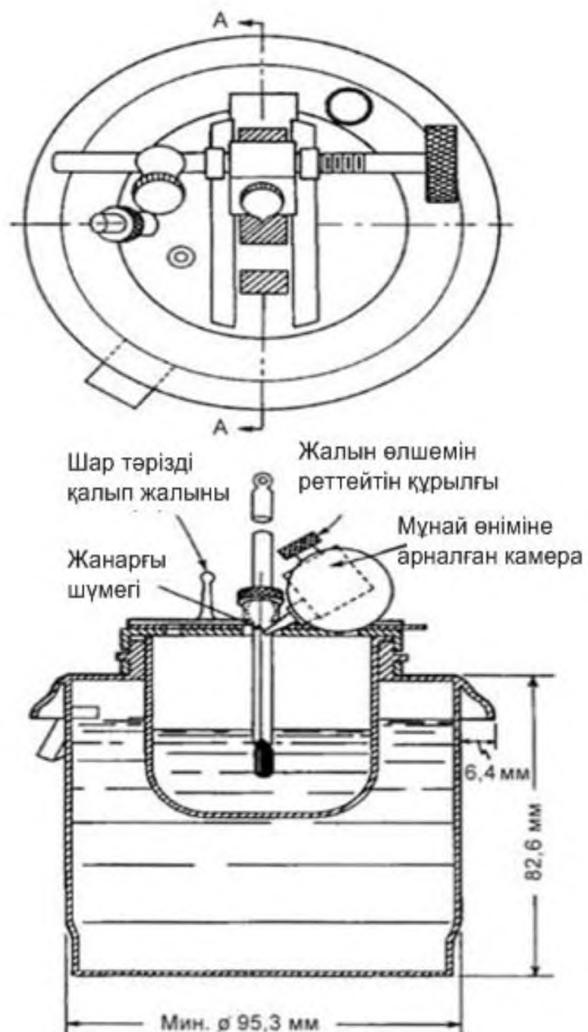
Әлшемдер сәйкестігі

ММ	ММ
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

A.1.2 суреті – Қақпактың жоғарғы беті және тесіктер әлшемдері

A.1.1 кестесі – Өлшемдерге қойылатын талаптар

Отбакырдың жоғарғы бөлігінен бастап ваннадағы сүйкіткіштің деңгейіне дейінгі арақашықтық	$27,8 \pm 0,4$ мм
Отбакырдың жоғарғы бөлігінен бастап сынама деңгейіне дейінгі арақашықтық	$29,4 \pm 0,8$ мм
Термометр шарының тәмегіндеңгі нүктесінен бастап отбакырдың жоғарғы бөлігінен дейінгі арақашықтық	$45,0 \pm 0,8$ мм
Отбакырдың ішкі диаметрі	$54,0 \pm 0,3$ мм
Қақпактың жоғарғы бөлігіндегі жалынның диаметрі	$4,0 \pm 0,8$ мм
Жалындың құрылғының жоғарғы бөлігіндегі шүмектің ішкі диаметрі	$1,2 \pm 0,3$ мм
Жалындың құрылғының жоғарғы бөлігіндегі шүмектің сыртқы диаметрі	2,0 мм артық емес



Ёлшемдер сәйкестігі

ММ	ММ
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

A.1.3 суреті – Бॅліктे қолмен басқарылатын аспаптағы отбақыр және сұйықтыққа арналған ванна

ҚР СТ 2424-2013

A.2 Аппаратураның жұмыс істеуін тексеру

A.2.1 Аттестталған стандарттық үлгі (CRM) – бұл жиілік дәрежесі кемінде 99 молярлық үлес қанықтырылған кәмірсу немесе ҚР СТ ASTM D6300-2013 (ASTM RR:D02-1007 орнына қолданылатын) немесе ИСО 34 нұсқауының және ИСО 35 нұсқауының талаптарына сәйкес зертханааралық зерттеулер кезінде анықталған белгіленген тұтану температурасы бар басқа мұнай өнімі.

A.2.1 кестесі – Тұтану температурасы және қолжетімді шекті ауытқулар CRM

Кәмірсу	Жиілік, молярлық үлес, %, кем емес	Тұтану температурасы, °C	Шекті ауытқулар, °C
n- декан	99	50,9	± 2,3
n-ундекан	99	67,1	± 2,3

A.2.1.1 Кейбір стандарттық үлгілерге арналған барометрлік қысымға түзетілген тұтану температурасының мәндері және осы мәндердің шекті ауытқулары A.2.1 кестесінде берілген (A.2.2 ескертпесі). Жабдықтаушылар стандарттық үлгілердің әрбір топтамасына олардың тұтану температурасын көрсететін сертификатты қоса салуға тиіс. Басқа CRM үшін шекті ауытқуларды зертханааралық сын tactарда алынған нәтижеге аталған әдістің әндірімділік мәнін азайта және содан соң оны 0,7 көбейте отырып анықтауға болады (RR:S15-1007 есебі).

A.2.1 ЕСКЕРТПЕСІ: Тұтану температурасын анықтау бойынша зертханааралық зерттеулер туралы қосымша ақпаратты RR:S15-1010 есебінен табуға болады.

A.2.2 ЕСКЕРТПЕСІ: A.2.1 кестесінде берілген әнімдер, олардың тазалық деңгейлері, тұтану температураалары мен температураның шекті ауытқулары тұтану температурасын анықтау әдісінде олардың бакылау сұйықтықтары ретінде пайдалануға жарамдылығын анықтау мақсатында, ASTM (RR:S15-1010¹⁾ есебі) зертханааралық бағдарлама бойынша зерттеулер нәтижесінде алынды. Тазалық деңгейлері және тұтану температурасы мен шекті ауытқулары басқа әнімдер сондай-ак егер олар ҚР СТ ASTM D6300-2013 (бұрынғы RR:D02-1007 орнына қолданылатын) немесе ИСО 34 нұсқауының және ИСО 35 нұсқауының талаптарына сәйкес дайындалған болса, жарамды болуы мүмкін. Осы әнімдерді пайдаланар алдында тұтану температурасының мәні көп дәрежеде CRM құрамына байланысты болатындықтан, жеткізілетін әнімнің топтамасына берілетін сертификаттарды мұқият зерделеу керек.

¹⁾ Косалқы деректер ASTM International штаб-пәтерінде берілді және Research Report RR: S15-1010 сұрау арқылы алынуы мүмкін.

A.2.3 ЕСКЕРТПЕСІ: Химиялық заттардың кез келген белгілі жабдықтаушысынан алынатын n-ксилолды ол A.2.1.1 берілген талаптарға сай болатын кезде стандарттық үлгілер ретінде пайдалануға болады.

A.2.2 Қайталама жұмыстық қоспа (SWS) – бұл тазалық дәрежесі 99 молярлық үлесі кем болмайтын қанықтырылған көмірсу немесе құрамы белгілі және тұрақты деп санауға болатын басқа мұнай әнімі.

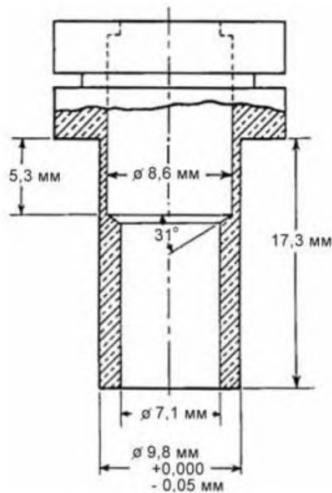
A.2.2.1 Қайталама жұмыстық қоспаға арналған тұтану температурасының орташа мәнін және шекті бақылау ауытқуларын (За) стандарттық статистикалық әдістерді қолданып анықтайды (A.2.4 ескертпесі). ҚР СТ ASTM D6299-2013 қараныз.

A.2.4 ЕСКЕРТПЕСІ: Тұтану температурасының орташа мәнін анықтаудың типтік әдістемесі CRM аппаратурада пайдаланып алдын ала салыстырылып тексерілген әкілдік әнім сынамаларын сынауды, нәтижелердің статистикалық талдауын және күрт бөлінетін мәнді есепке алмай, орташа арифметикалық мәнді есептеуді немесе әрқайсысы екі әкілдік сынама үшін сынақ әткізетін үш зертхана қатысатын зертханааралық бағдарлама бойынша жұмыс жүргізуіді көздейді және стандарттық статистикалық әдістерді колданып, тұтану температурасының орташа мәнін есептеуді жүргізеді.

А.3 Аппаратураны дайындаған кездегі баптаулар

A.3.1 Сондай-ақ ҚР СТ ИСО 2719 әдісі бойынша Мартенс-Пенский аспабында тұтану температурасын анықтау үшін пайдаланылатын тәменгі температураларды әлшеу ауқымы бар термометрлерге қойылатын талаптарға сәйкес келетін отбақыр термометрі тұтану температурасын анықтау үшін аспаптың қакпағында орналаскан тәлкеде термометрді бекіту үшін тағайындалған металл немесе политет- рафтотрэтилен тығыздығын балдағымен жабдықталған. Осы нығыздау балдағын Мартенс-Пенский аспабында қолданылатын диаметрі үлкен тәлке үшін пайдаланылатын ұластырығышпен бірге жеткізеді. Осы тәлкелердің әлшемдеріндегі айырмашылық сынақтар нәтижесіне айтарлықтай әсер етпейді, алайда аспаптарды дайындаушылар мен жабдықтаушылар, сондай-ақ пайдаланушылар үшін артық мазасыздық себебі болып табылады.

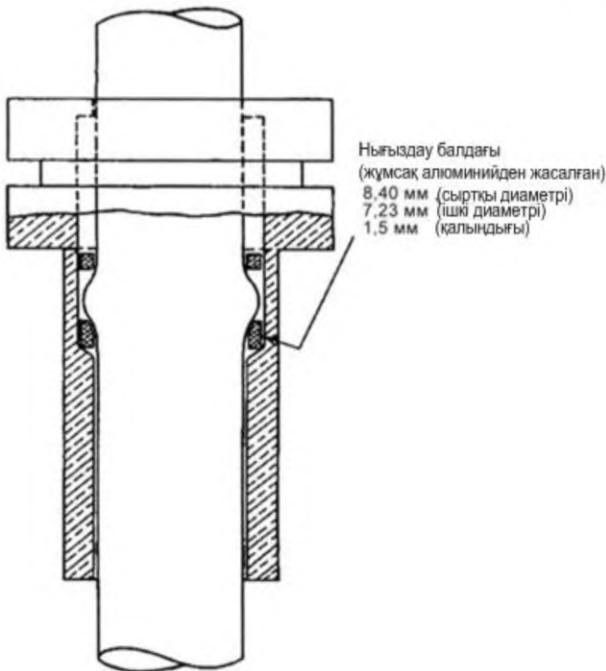
A.3.2 ішкі комитеті E01.21 стандарттық үлгілер, біліктілік сынақтары мен зертханаларды аккредиттеу бойынша, осы проблеманы зерделей келіп тәлке әлшемдеріне әйойлатын талаптарды белгіледі. Бұл әлшемдер A.1.1, A.3.1 және A.3.2 суреттерінде көрсетілген. Әлшемдер бойынша талаптардың сәйкес болуы міндетті емес, бірақ пайдаланушылар сияқты, жабық отбақыры бар Тага аспаптарымен жабдықтаушылар үшін қажет.



Әлшемдер сәйкестігі

MM	MM
0,05	8,6
5,3	9,8
7,1	17,3

A.3.1 суреті – Термометрге арналған тәлкелердің әлшемдері
(ұсынылатын)



Әлшемдер сәйкестігі

ММ
1,5
7,23
8,40

**A.3.2 суреті – Термометрдің нығыздагыш балдағының әлшемдері
(ұсынылатын)**

X.1 косымшасы

(акпараттық)

X.1 Тұтану температурасының «бұрмалану құбылтысы

X.1.1 Кейбір қоспалардың тұтану температуралерын анықтаған кезде сынаманың тұтанатын құрауышы сұйықтық бетіндегі бу түрінде белсенді болмау қабілеттің иеленетін кезде осының салдарынан тұтанудың пайда болуына кедергі келтіретін ахуал туындауы мүмкін. Мұндай жағдайда әнімнің тұтану температурасы «бұркемеленеді», сондыктan тұтану температурасын анықтау нәтижесі не көтерінкі не тұтану болмайды.

X.1.2 Тұтану температурасының «бұрмалану» құбылтысы құрамына галоген болатын кейбір көмірсулар, мысалы дихлорметан (хлорлы метилен) мен трихлорэтилен кіретін тұтанғыш сұйықтықтар үшін барынша жиі байқалады.

X.1.3 Мұндай жағдайларда анық тұтану (3.1.1 анықталған сиякты) байқалмайды. Жалынның айтарлықтай таралуының орына оның түсінің көгілдірден қызығыт сарыға әзгеруі байқалады.

X.1.4 Қоршаған орта температурасынан асатын температура кезінде ұзак қыздыру және тұтану температурасын анықтау отбакыр шектерінен тұтанғыш булардың айтарлықтай қызу себебі болады, мысалы сынақ жалынның үстінен. Егер мұндай құбылтысты айыру мүмкін болмаса, оның ёрттің пайда болу себебі болуы ықтимал.

X.1.5 Әнімнің аталған түрлерінің тұтану температуралерын анықтаған кезде осындағы құбылтыс туындастын жағдайда сынақты тоқтату ұсынылады.

X.1.6 Қоспалардың тұтану температурасын және жанғыштығын анықтауға катысты барынша жан-жакты аппарат ASTM E 502 берілген.

X.2 қосымшасы
(ақпараттық)

X2 Қоспалардың тұтанды температурасын және жанғыштығын анықтау

X.2.1 Тұтанды температурасы олардың қолданылу саласын анықтау мақсатында сұйық әнімдердің тұтанғыштық сипаттамалары үшін пайдаланылуы мүмкін, алайда тұтанды температурасы әнімде тұтанғыш булар болатын ең тәменгі температура болып табылады.

X.2.2 Кейбір таза әнімдер үшін жағында тұтанудың болмауы кезінде сонда да орын алады. Осы санатқа тұтанудың пайда болуы үшін үлкен кеңістікті талап ететін әнімдер жатады, мысалы, трихлорэтилен. Осы әнімнің жағындауы әлшемдері тұтанды температурасын анықтауға арналған аспаптағы сияқты аспапта болмайды, алайда оның булары әлшемдері жеткілікті аспапта жаққан кезде тұтанатын және жанатын болып табылады.

X.2.3 Егер сұйықтықта тұтанатын және тұтанбайтын құрауыштар болатын болса, мынаидегі құбылыстар орын алуы мүмкін. Сұйықтықта белгілі бір жағдайларда тұтанғыш булар болуы және жабық отбақырда тұтанып кетпеуі мүмкін. Бұл құбылыс тұтанбайтын сұйықтық үшпа болып табылатын және сонысымен тұтануды болдырмай жабық отбақырдағы булар инертті болатын жеткілікті мәлшерде қатысадын кезде болады. Одан басқа, буларда тұтанбайтын құрауыштың біраз мәлшері болатын және мұндай жағдайда әнім тұтанбайтын жағдайлар болады.

X.2.4 Құрамында үшпалығы жоғары тұтанбайтын құрауышы немесе оларға тұтанбайтын құрауыш әсері салдарынан тұтанбайтын қоспасы болатын сұйықтықтар егер толықтай буланатын болса, тиісті пропорцияларында ауамен бірге тұтанғыш қоспалар тұзуі мүмкін.

Е қосымшасы
(ақпараттық)

E.1 кестесі – Тұрлендірілген ұлттық стандарттың техникалық ауытқуларының тізбесі

Бәлім, ішкі бәлім, тармақ, тармақша, кесте, қосымша	Тұрлендіру	
2-бәлім. сілтемелер	Нормативтік	ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабындағы тұтану температурасын анықтау әдістері) КР СТ ИСО 2719 ¹ -2005 «Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабы пайдаланылатын әдіске» ауыстырылды.
2-бәлім. сілтемелер	Нормативтік	ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Межелігі аз жабық отбақыраши бар қондырғыда сүйкіткіштердің тұтану температурасын анықтау әдістері) КР СТ ASTM D3828-2013 «Шағын әлшемдегі жабық тигельде тұтану температурасын анықтау әдістеріне» ауыстырылды.
2-бәлім. сілтемелер	Нормативтік	ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products стандартына жасалған сілтеме (Мұнай және мұнай сынамаларын қолмен іріктеу жәніндегі нұсқау) КР СТ ИСО 3170 ² -2006 «Мұнай және мұнай әнімдері. Сынамаларды қолмен іріктеу әдістеріне» ауыстырылды.
2-бәлім. сілтемелер	Нормативтік	ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance стандартына жасалған сілтеме (Сапаны статистикалық қамтамасыз етуді қолдануға арналған практика және талдамалық әлшеу жүйелерінің әндірімділігін бағалауға арналған диаграммаларды бакылау әдістері) КР СТ ASTM D6299-2013 «Жүйе әнімділігіне талдамалық шараларды бағалау үшін әнімге статистикалық талдаулар мен бақылау жұмыстарының әдістерін қолдануға арналған нұсқауға» ауыстырылды.

Е.1 кестесі - Тұрлендірілген ұлттық стандарттың техникалық ауытқуларының тізбесі (жалғасы)

2-бөлім. Нормативтік сілтемелер	ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants стандартына жасалған сілтеме (Мұнай әнімдерін және майлау материалдарын сынау әдістерінің дәлдік және ауытқу көрсеткіштерін анықтау жөніндегі нұсқау) ҚР СТ ASTM D6300-2013 «Мұнай әнімдері және майлау заттары үшін тестілеу әдістерінде пайдаланылатын дәлдік пен дәлсіздікті анықтауға арналған нұсқау» ауыстырылды.
1-бөлім. Қолданылу саласы. 1.1.1 тармағы A.3 қосымшасы A.3.1 тармағы	ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабындағы тұтану температурасын анықтау әдістері) ҚР СТ ИСО 2719 ¹ -2005 «Тұтану температурасын анықтау. Жабық отбақыры бар Мартенс-Пенский аспабы пайдаланылатын әдіске» ауыстырылды.
1-бөлім. Қолданылу саласы. 1.3 тармағы	ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester стандартына жасалған сілтеме (Межелігі аз жабық отбақыры бар қондырығыда сұйықтықтардың тұтану температурасын анықтау әдістері) ҚР СТ ASTM D3828-2013 «Шағын әлшемдегі жабық тигельде тұтану температурасын анықтау әдістеріне» ауыстырылды.
7-бөлім. Сынамалар іріктеу. 7.3 тармағы	ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products стандартына жасалған сілтеме (Мұнай және мұнай сынамаларын қолмен іріктеу жөніндегі нұсқау) ҚР СТ ИСО 3170 ² -2006 «Мұнай және мұнай әнімдері. Сынамаларды қолмен іріктеу әдістеріне» ауыстырылды.
А қосымшасы. A.2.2.1 тармағы	ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance стандартына жасалған сілтеме (Сапаны статистикалық қамтамасызын етуді колдануға арналған практика және талдамалық әлшеу жүйелерінің әндірімділігін бағалауға арналған диаграммаларды бақылау әдістері) ҚР СТ ASTM D6299-2013 «Жүйе әнімділігіне талдамалық шараларды бағалау үшін әнімге статистикалық талдаулар мен бақылау жұмыстарының әдістерін қолдануға арналған нұсқау» ауыстырылды.

E.1 кестесі - Тұрлендірілген ұлттық стандарттың техникалық ауытқуларының тізбесі (жалғасы)

A қосымшасы. тармағы	A.2.1	ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants стандарттың жасалған сілтеме (Мұнай әнімдерін және майлау материалдарын сынау әдістерінің дәлдік және ауытқу көрсеткіштерін анықтау жөніндегі нұсқау) ҚР СТ ASTM D6300-2013 «Мұнай әнімдері және майлау заттары үшін тестілеу әдістерінде пайдаланылатын дәлдік пен дәлсіздікті анықтауга арналған нұсқауға» ауыстырылды.
Түсіндірме: Нормативтік сілтемелерді ауыстыру Қазақстан Республикасының нормативтік құжаттар базасымен осы стандартты үйлестіру мақсатында жасалды.		
¹ сәйкестік дәрежесі – (IDT) бірдей		
² сәйкестік дәрежесі – (IDT) бірдей		

ӘОЖ 665.761.3.035

МСЖ 75.080

Түйінді сәздер: жанғыш; әрт қаупі; тез тұтанғыш; ұшқын; жабық отбақырдағы тага;



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ ТАГА

СТ РК 2424-2013

*(ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by
Tag Closed Cup Tester, MOD)*

Издание официальное

Данный национальный стандарт КазИнСТ основан на ASTM D56-05 (2010)
«Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester», авторское
право АСТМ Интернэшнл, РА 19428, США. Переиздается с разрешения
АСТМ Интернэшл.

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

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН 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 по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан № 548-од от 28.11.13 г

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению американскому национальному стандарту ASTM D 56-05 (2010) Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester (Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле Тара).

Перевод с английского языка (en).

Стандарт ASTM D 56-05 (2010) разработан подкомитетом D02.08 "По летучести" Комитета ASTM D02 "Нефтепродукты и смазочные материалы".

Данный национальный стандарт КазИнСТ основан на ASTM D56-05 (2010) «Standard Test Method for Flash Point by Tag Closed Cup Tester», авторское право АСТМ Интернэшнл, РА 19428, США. Переиздается с разрешения АСТМ Интернэшнл.

Официальные экземпляры американских национальных 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.

Информация о замене ссылок приведена в приложении Е.1

Степень соответствия – модифицированный (MOD).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ

2018 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

Содержание

Введение	V
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Терминология	3
4 Сущность метода	4
5 Значение и применение метода	5
6 Прибор с ручным управлением	5
7 Отбор проб	5
8 Подготовка прибора с ручным управлением	6
9 Проведение испытания с использованием прибора с ручным управлением	8
10 Установка с автоматическим управлением	10
11 Подготовка установки с автоматическим управлением	11
12 Проведение испытания с использованием установки с автоматическим управлением	12
13 Протокол испытаний	13
14 Точность и отклонение метода	14
Приложение А.1 (обязательное) Прибор	16
Приложение Х.1 (информационное) Явление «маскировки» температуры вспышки	25
Приложение Х.2 (информационное) Определение температуры вспышки воспламеняемости смесей	26
Приложение Е (информационное) Перечень технических отклонений модифицированного национального стандарта	27

Введение

Для обеспечения требуемой точности в настоящем методе определения температуры вспышки температуру испытуемого продукта повышают с заданной скоростью. Однако регулирование скорости нагрева не всегда обеспечивает требуемую точность испытания вследствие низкой теплопроводности некоторых материалов. На метод предварительной оценки воспламеняемости разработан ASTM D 3941, в котором применяют более низкую скорость нагревания. Метод, приведенный в ASTM D 3941, предусматривает проведение испытаний в условиях, приближенных к уравновешенным, когда пар над жидкостью и жидкость имеют приблизительно одинаковую температуру. Если стандартом на нефтепродукт предусмотрено испытание по методу, приведенному в ASTM D 56, не следует применять метод, приведенный в ASTM D 3941, или проводить испытания по другому методу. Значение температуры вспышки зависит от конструкции прибора, условий его эксплуатации и применяемого метода определения. Поэтому температуру вспышки можно определять только по стандартизованному методу испытания и нельзя устанавливать корреляцию между результатами, полученными при использовании различных методов испытания или испытательного оборудования, отличного от предусмотренного методом испытания.

CT PK 2424-2013

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ**В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ ТАГА****Дата введения 2014-07-01****1 Область применения**

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры вспышки жидких нефтепродуктов с вязкостью менее 5,5 мм²/с сантиСтокс (далее-сСт) при температуре 40 °C (104 °F) или менее 9,5 мм²/с (сСт) при температуре 25 °C (77 °F) с использованием закрытого тигля в приборах с ручным и автоматическим управлением. Настоящий стандарт применяется для жидкостей с температурой вспышки ниже 93 °C (200 °F).

1.1.1 Для определения температуры вспышки в приборе с закрытым тиглем жидкостей с вязкостью 5,5 мм²/с (сСт) или более при температуре 40 °C (104 °F), вязкостью 9,5 мм²/с (сСт) или более при температуре 25 °C (77 °F), температурой вспышки 93 °C (200 °F) или выше, а также жидкостей, на поверхности которых образуется пленка, или содержащих твердые взвешенные частицы, используют метод по СТ РК ИСО 2719.

1.1.2 Для окисленных битумов применяют методы определения по ASTM D 1310 и ASTM D 3143.

ПРИМЕЧАНИЕ Министерство транспорта США (RSTA) 2 и Министерства труда США (OSHA) установили, что жидкости с температурой вспышки ниже 37,8 °C (100 °F) являются легковоспламеняющимися. Это было определено по методу настоящего стандарта для жидкостей с вязкостью менее 5,5 мм²/с (сСт) при температуре 40°C (104°F) или 9,5 мм²/с (сСт) или менее при температуре 25 °C (77 °F), а также жидкостей, не содержащих взвешенных твердых частиц и на поверхности которых не образуется пленка во время испытания. Другие группы горючести жидкостей по температуре вспышки были установлены с использованием данного метода.

1.2 Настоящий метод 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 или оценки опасности при горении или риска при воспламенении материалов, продуктов или входящих в их состав компонентов в реальных условиях. Однако результаты, полученные при испытании по этому методу, можно использовать для оценки риска возникновения воспламенения, которая учитывает все факторы, относящиеся к оценке риска при конечном использовании продукта.

СТ РК 2424-2013

1.3 Настоящий стандарт взаимосвязан со стандартами СТ РК ИСО 2719, СТ РК ASTM D3828-2013, ASTM D 1310 ASTM D 3278 и ASTM D 3941.

1.4 Значения, выраженные в единицах СИ, считаются стандартными. Значения, указанные в скобках, являются справочными.

1.5 **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Ртуть была определена многими регулирующими органами как опасный материал, который может вызвать повреждение центральной нервной системы, почек и печени. Ртуть или ее пары могут быть опасны для здоровья и коррозии материалов. Следует соблюдать осторожность при работе с ртутью и продуктами, содержащими ртуть. См. по безопасности материалов (MSDS) для деталей и EPA сайте [HTTP : / / www.epa.gov](http://www.epa.gov) / Меркурий / faq.htm-за дополнительной информацией. Пользователи должны быть осведомлены о том, что продажа ртути и/или продуктов, содержащих ртуть может быть запрещена законодательством в области охраны окружающей среды.

1.6 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 в 8.2 и 8.3, 9.5, 12.5 а также в справочниках по безопасности материалов.

2 Нормативные ссылки

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

2.1 Стандарты:

СТ РК ИСО 2719-2005 Определение температуры вспышки. Метод с использованием прибора Мартенс –Пенского с закрытым тиглем.

СТ РК ИСО 3170-2006 Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб.

СТ РК ASTM D3828-2013 Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле малого размера.

СТ РК ASTM D6300-2013 Руководство для определения данных точности и погрешности для использования в методах тестирования для нефтяных продуктов и смазывающих веществ.

СТ РК ASTM D6299-2013 Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы.

ASTM D 1310:2007 Test Method for Flash Point and Fire Point of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus (Метод определения температуры вспышки и

температуры воспламенения жидкостей на установке Тара с открытым тиглем).

ASTM D 3143:2008 Test Method for Flash Point of Cutback Asphalt with Tag Open-Cup Apparatus (Метод определения температуры вспышки окисленных битумов на установке Tara с открытым тиглем).

ASTM D 3278:2011 Test Methods for Flash Point of Liquids by Small Scale Closed-Cup Apparatus (Методы определения температуры вспышки жидкостей на установке с закрытым тиглем с малой шкалой).

ASTM D 3941:2007 Test Method for Flash Point by the Equilibrium Method With a Closed-Cup Apparatus (Метод определения температуры вспышки в условиях равновесия на установке с закрытым тиглем).

ASTM E 1:2013 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers (Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM).

ASTM E 502:2013 Test Method for Selection and Use of ASTM Standards for the Determination of Flash Point of Chemicals by Closed Cup Methods (Руководство по выбору и использованию стандартов ASTM для определения температуры вспышки химических продуктов методами с применением закрытого тигля).

2.2 Федеральные стандарты на методы испытания¹⁾

Method 1101, Federal Test Method Standard No. 791b (Федеральный стандарт на метод испытания № 791b).

Method 4291, Federal Test Method Standard No. 141A (Федеральный стандарт на метод испытания № 141A).

2.3 Стандарты ISO²⁾:

Guide 34:2009 General Requirements for the Competence of Reference Material Producers (Руководство ИСО 34 Системы качества по производству эталонных материалов).

Guide 35:2006 Certification of Reference Materials—General and Statistical Principles (Руководство ИСО 35 Сертификация эталонных материалов. Общие и статистические принципы).

3 Терминология

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

¹⁾ Можно получить в отделе документов в организации Government Printing, Вашингтон DC 20402.

²⁾ Можно получить в Американском институте национальных стандартов (ANSI), 25 W, 43-я улица, 4 этаж, Нью-Йорк, NY 10036.

3 Определения

3.1.1 температура вспышки: Самая низкая температура, скорректированная на барометрическое давление 101,3 кПа (760 мм рт.ст.), при которой применение зажигательного устройства вызывает воспламенение паров испытуемой пробы при заданных условиях испытания.

3.1.1.1 Считают, что испытуемая проба воспламенилась, если пламя после его появления мгновенно распространилось по всей поверхности жидкости.

3.1.1.2 Если зажигательное устройство образует пламя, оно может иметь голубой ореол и увеличенные размеры до достижения температуры вспышки. Это не считается воспламенением, и результаты испытания не следует принимать во внимание.

a. Определения терминов, установленные в настоящем стандарте

3.2.1 Динамические (неуравновешенные) условия: Условия в приборе для определения температуры вспышки, когда пар над поверхностью испытуемой пробы и сама проба имеют разную температуру во время применения зажигательного устройства.

3.2.1.1 Такие условия создаются, потому что при нагревании испытуемой пробы с постоянной заданной скоростью имеет место запаздывание температуры пара относительно температуры испытуемой пробы. Полученная в результате испытания температура вспышки находится в пределах воспроизводимости данного метода.

3.2.2 Уравновешенные условия в приборе для определения температуры вспышки или метода испытания: Условия, когда пар над испытуемой пробой и сама проба имеют одну и ту же температуру при применении зажигательного устройства.

3.2.2.1 Таких условий нельзя достичь на практике, так как температура пробы неодинакова в различных ее точках, а корпус и крышка испытательного прибора, как правило, имеют более низкую температуру.

4 Сущность метода

4.1 Испытуемую пробу помещают в тигель прибора и при закрытой крышке медленно нагревают с постоянной скоростью. Через одинаковые интервалы времени зажигательное устройство подносят к тиглю. Температурой вспышки считают самую низкую температуру, при которой зажигательное устройство вызывает воспламенение пара над испытуемой пробой.

5 Значение и применение метода

5.1 Температура вспышки характеризует способность продукта образовывать воспламеняющую смесь с воздухом в контролируемых лабораторных условиях. Температура вспышки является одним из показателей, который следует учитывать при оценке риска воспламеняемости материала.

5.2 Сведения о температуре вспышки используют при разработке инструкций по безопасности и перевозке грузов для характеристики воспламеняющихся горючих продуктов. Сведения об отнесении продукта к определенной группе горючести можно найти в соответствующих документах.

5.3 Температура вспышки может свидетельствовать о присутствии высоколетучих и воспламеняющихся компонентов в относительно нелетучем или невоспламеняющемся продукте. Например, нехарактерно низкая температура вспышки пробы керосина может указывать на присутствие примеси бензина.

6 Прибор с ручным управлением

6.1 Прибор Тага с закрытым тиглем - Прибор приведен на Рисунке 1, описание прибора приведено в Приложении А.1.

6.2 Экран - рекомендуется использовать экран шириной 460 мм и высотой 610 мм, открытый спереди.

6.3 Термометры - Для тигля используют один из термометров в соответствии с Таблицей 1. Для ванны используют любой подходящий термометр с открытой шкалой в необходимом диапазоне измерения. Удобнее использовать тот же тип термометра, что и для тигля.

ПРИМЕЧАНИЕ Вместо термометров, соответствующих требованиям ASTM, можно использовать термометры, соответствующие требованиям Института нефти (термометр IP 15C PM-Low).

7 Отбор проб

7.1 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 контейнеры, если в этом нет необходимости. Перемещение пробы не следует осуществлять до тех пор, пока температура пробы будет не менее чем на 10 °C (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки. По возможности определение температуры вспышки должно быть первым испытанием, проводимым на пробе, поэтому пробы должна храниться при низкой температуре.

СТ РК 2424-2013

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

Таблица 1 – Термометры

Термометр ^A ASTM	Обозначение термометра для испытаний		
	При температуре ниже 4 °C (40 °F)	При температуре от 4 °C до 49 °C (40 °F - 120 °F)	При температуре свыше 49 °C (120 °F)
	57 °C или (57°F)	9 °C или (9°F) 57 °C или (57°F)	9 °C или (9°F)

^AТехнические требования к термометрам приведены в технических условиях ASTM E 1.

7.3 Объем пробы для каждого испытания должен быть не менее 50 мл. Пробы отбирают в соответствии с требованиями СТ РК ИСО 3170.

8 Подготовка прибора с ручным управлением

8.1 Прибор устанавливают на ровной устойчивой поверхности, например на столе. Если испытания проводят в помещении, в котором имеет место заметное движение воздуха, прибор с трех сторон окружают экраном для защиты от движения воздуха. Не следует проводить испытания в непосредственной близости от вытяжного шкафа или вентиляторов.

8.2 В качестве поджига рекомендуется использовать пламя природного и сжиженного газа с электрозапалом. (**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Давление газа, подаваемого к прибору, не должно превышать 3 кПа).

8.3 При определении температуры вспышки ниже 13 °C (55 °F) или выше 60 °C (140 °F) в качестве жидкости для ванны используют смесь воды и этиленгликоля в соотношении 1 : 1. (**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Этиленгликоль - яд. Смертельно опасен при попадании внутрь организма. Пары вредны. Следует избегать попадания на кожу).

При определении температуры вспышки в диапазоне от 13 °C (55 °F) до 60 °C (140 °F) включительно в качестве жидкости для ванны можно использовать либо воду, либо смесь воды и этиленгликоля. При перемещении пробы в испытательный тигель температура жидкости в ванне должна быть не менее чем на 10 °C (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки продукта. Не рекомендуется охлаждать жидкость в

ванне путем внесения в нее сухого льда (твердого диоксида углерода).

ПРИМЕЧАНИЕ Вследствие возникновения возможных затруднений, связанных с поддержанием заданной скорости повышения температуры и образованием льда на крышке прибора, результаты этого метода испытания проб с температурой вспышки ниже 0 °C (32 °F) могут быть недостоверными. Осложнения, вызванные образованием льда на подвижном элементе (задвижке), можно свести к минимуму путем тщательной смазки элемента высоковакуумной силиконовой смазкой

8.4 Функционирование прибора с ручным управлением (или прибора с автоматическим управлением, см. 11.2.3) проверяют не реже одного раза в год путем определения температуры вспышки аттестованных стандартных образцов (CRM), например приведенных в приложении А.2, температура вспышки которых близка к предполагаемой температуре вспышки испытуемых проб. Стандартные образцы испытывают по методу настоящего стандарта, а наблюдаемые значения температуры вспышки, полученные по 9.5, должны быть скорректированы на барометрическое давление (Раздел 13). Полученные значения температуры вспышки должны находиться в пределах, установленных в таблице А2.1 для указанных стандартных образцов, или в пределах диапазона значений, рассчитанных для стандартных образцов, не приведенных в таблице (Приложение А.2).

8.5 После проверки функционирования прибора может определяться температура вспышки вторичных рабочих смесей (SwSs) на соответствие их предельным контрольным значениям. Эти вторичные рабочие смеси можно затем использовать при последующих проверках (Приложение А.2).

8.6 Если определенные значения температуры вспышки не попадают в диапазон значений, указанных в 8.4 или 8.5, проверяют состояние и работу прибора с целью удостовериться в соответствии прибора требованиям, приведенным в приложении А.1, и в первую очередь в части герметичности крышки (см. А.1.1.3), работы задвижки, положения зажигательного устройства (А.1.1.3.3) и угла расположения термометра (см. А.1.1.3.4). После проведения любой регулировки повторяют испытание, приведенное в 8.4, используя новую испытуемую пробу и выполняя все требования данного метода испытания.

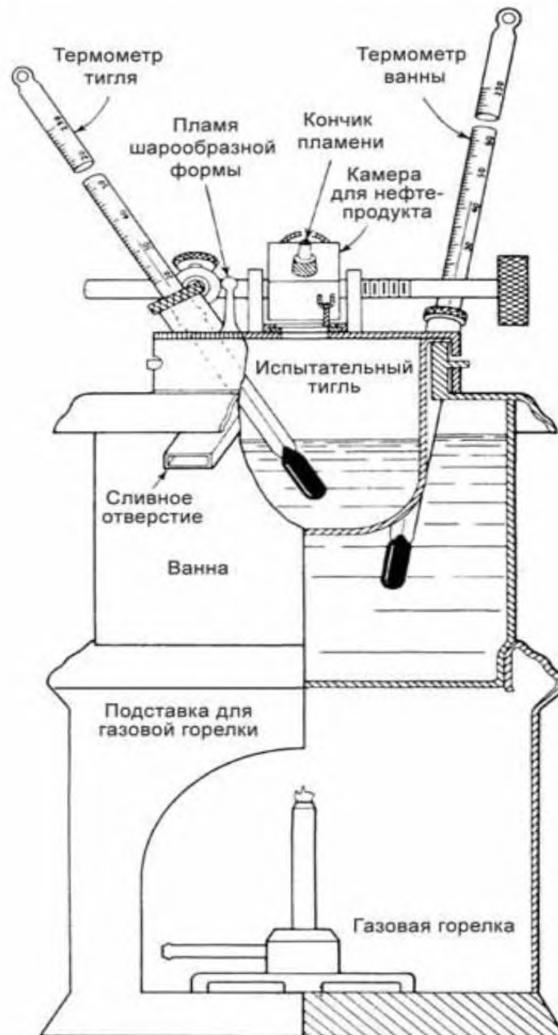


Рисунок 1 – Прибор Тага для определения температуры вспышки с ручным управлением с закрытым тиглем

9 Проведение испытания с использованием прибора с ручным управлением

9.1 Используя градуированный цилиндр и не допуская смачивания стенок тигля выше отметки уровня, отмеряют $(50 \pm 0,5)$ мл жидкости и помещают пробу в тигель. При необходимости пробу и градуированный цилиндр заранее охлаждают так, чтобы температура испытуемой пробы при определении температуры вспышки составляла $(27 \pm 5) ^\circ\text{C}$ [$(80 \pm 10) ^\circ\text{F}$] или была не менее чем на $10 ^\circ\text{C}$ ($18 ^\circ\text{F}$) ниже предполагаемой температуры

вспышки (в зависимости от того, какая из них ниже). Очень важно поддерживать температуру не менее чем на 10 °C (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки во время перемещения испытуемой пробы из контейнера в цилиндр и из цилиндра в испытательный тигель. Кончиком ножа или другим подходящим предметом удаляют пузырьки воздуха с поверхности испытуемой пробы. Вытирают насухо внутреннюю поверхность крышки чистой тряпкой или салфеткой, впитывающей влагу, затем закрепляют крышку с термометром на круглом выступе ванны.

9.2 Зажигают на крышке испытательное пламя (если используется) и регулируют его так, чтобы по форме оно было близким к маленькому шарику. С помощью механизма на крышке зажигательное устройство подносят к той части тигля, где находятся пары, и немедленно относят обратно. Время, необходимое для выполнения этой операции, должно составлять 1 с при условии, что периоды времени для подноса и выноса пламени будут одинаковыми. Операция по опусканию и поднятию зажигательного устройства должна выполняться без задержки. Если при первоначальном опускании зажигательного устройства наблюдается вспышка, испытание прерывают и результат не учитывают. В этом случае новую пробу необходимо дополнительно охладить на 10 °C (18 °F) ниже первоначально установленной температуры пробы.

9.2.1 Следует осторожно обращаться с испытательным пламенем. Если пламя погаснет, вспышка пробы не произойдет и газ, поступивший в пространство с парами, может повлиять на результат. Если пламя прежде временно погасло, испытание необходимо прекратить, и результат этого определения не учитывают.

9.3 Температура вспышки ниже 60 °C (140 °F)

Если известно, что температура вспышки пробы ниже 60 °C (140 °F), пробу нагревают так, чтобы ее температура поднималась со скоростью 1 °C/мин ± 6 с (2 °F/мин ± 6 с). Когда температура испытуемой пробы в тигле на 5 °C (10 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки, поджигание пробы с помощью зажигательного устройства проводят, как описано в 9.2, и повторяют через каждые 0,5 °C (1 °F) повышения температуры испытуемой пробы.

9.4 Температура вспышки 60 °C (140 °F) или выше

Если известно, что температура вспышки пробы 60 °C (140 °F) или выше, регулируют нагревание таким образом, чтобы температура испытуемой пробы поднималась со скоростью 3 °C/мин ± 6 с (5 °F/мин ± 6 с). Когда температура испытуемой пробы в испытательном тигле будет на 5 °C (10 °F) ниже его предполагаемой температуры вспышки, поджигание пробы с помощью зажигательного устройства проводят, как описано в 9.2, и повторяют через каждый 1 °C (2 °F) повышения температуры испытуемой

СТ РК 2424-2013

пробы.

9.5 Когда при поджигании пробы с помощью зажигательного устройства образуется четко выраженное пламя внутри, как описано в 3.1.1, значение наблюдаемой температуры записывают как температуру вспышки испытуемой пробы.

Не следует путать настоящую вспышку с голубоватым ореолом, который иногда окружает зажигательное устройство непосредственно перед фактической вспышкой. (**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Для некоторых смесей, содержащих галогенсодержащие углеводороды, например хлористый метилен или три-хлорэтилен, как было установлено, не наблюдается отчетливой вспышки. Вместо значительного увеличения испытательного пламени (без ореола) имеет место изменение цвета испытательного пламени с голубого на желто-оранжевый). Продолжительное нагревание и испытание таких проб при температуре, превышающей температуру окружающей среды, может привести к возгоранию паров за пределами испытательного тигля, что увеличивает опасность возникновения пожара (Приложения X.1 и X.2).

9.6 Испытание прекращают, и зажигательное устройство убирают. Крышку поднимают, вытирают шарик термометра. Вынимают тигель, выливают содержимое и насухо вытирают тигель.

9.7 Если в любой момент проведения испытания, начиная от первого подноса зажигательного устройства до определения температуры вспышки, скорость повышения температуры испытуемой пробы не соответствует требуемой скорости, испытание прекращают, результат этого определения не учитывают. Испытание затем повторяют, регулируя нагревательное устройство таким образом, чтобы достичь необходимой скорости повышения температуры, или используя уточненное значение предполагаемой температуры вспышки, или и то и другое вместе.

9.8 Не допускается для повторного испытания использовать пробу, которая уже испытывалась ранее. Для повторного испытания необходимо использовать только новую пробу.

10 Установка с автоматическим управлением

10.1 Для определения температуры вспышки используют такую установку с автоматическим управлением, с помощью которой можно проводить испытания в соответствии с разделом 9. В установке может использоваться газовая горелка или электрический поджигающий электрод. Размеры тигля и крышки указаны на Рисунках А.1.1 и А.1.2.

10.6 Для испытания проб с низкой температурой вспышки может потребоваться система охлаждения для нагревательной ванны.

11 Подготовка установки с автоматическим управлением

11.1 Прибор устанавливают на ровной устойчивой поверхности, например на столе, в помещении, в котором отсутствует заметное движение воздуха. Хорошей практикой, но не требованием, является защита установки экраном от движения воздуха.

11.6 Пользователь установки с автоматическим управлением должен соблюдать следующие инструкции изготовителя, касающиеся калибровки, поверки и функционирования оборудования.

11.2.1 Систему детектирования настраивают в соответствии с инструкцией изготовителя.

11.2.2 Устройство измерения температуры калибруют в соответствии с инструкциями изготовителя.

11.2.3 Функционирование установки с автоматическим управлением проверяют не реже одного раза в год путем определения температуры вспышки аттестованного стандартного образца (CRM), например указанного в Приложении А.2, температура вспышки которого близка к предполагаемой температуре вспышки испытуемых проб. Стандартный образец испытывают по методу настоящего стандарта, регистрируют температуру вспышки, полученную по 9.5, и корректируют ее на барометрическое давление (Раздел 13). Полученные значения температуры вспышки должны находиться в пределах, приведенных в Таблице А.2.1 для указанного стандартного образца (CRM), или в пределах диапазона значений, рассчитанных для стандартного образца (CRM), не включенного в эту таблицу (Приложение А.2).

11.2.4 После проверки функционирования установки может определяться температура вспышки вторичных рабочих смесей (SWSs) на соответствие их предельным контрольным значениям. Эти вторичные смеси могут затем использоваться при последующих проверках функционирования установки (Приложение А.2).

11.2.5 Если определенное значение температуры вспышки не попадает в диапазон значений, указанных в 11.2.3 или 11.2.4, проверяют состояние и работу установки с целью удостовериться в соответствии установки требованиям, приведенным в Приложении А.1, и в первую очередь в части герметичности крышки (см. А.1.1.3), работы задвижки, положения зажигательного устройства (см. А.1.1.3.3), а также угла расположения термометра (см. А.1.1.3.4). После проведения любой регулировки испытание повторяют (см. 11.2.3), используя новую испытуемую пробу и выполняя все требования данного метода испытания.

12 Проведение испытания с использованием установки с автоматическим управлением

12.1 Регулируют внешнюю систему охлаждения, если это требуется, для охлаждения жидкости ванны до температуры, которая была бы на 10 °C ниже предполагаемой температуры вспышки.

12.2 В установку вставляют испытательный тигель в необходимое положение.

12.3 Вводят данные о предполагаемой температуре вспышки; это позволит поверхности нагревательной ванны охлаждаться до требуемой минимальной начальной температуры.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если испытуемая проба имеет низкую температуру, для установления соответствующей скорости нагревания тигель и крышку рекомендуется предварительно охладить. Для этого тигель с крышкой в сборе помещают в устройство, которое охлаждено на 10 °C (18 °F) ниже запрограммированной предполагаемой температуры вспышки.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Значение температуры вспышки, определенное в режиме «неизвестная температура вспышки», следует рассматривать как приблизительное. Это значение можно использовать в качестве предполагаемой температуры вспышки при испытании новой испытуемой пробы в стандартном режиме функционирования установки.

12.4 Используя градуированный цилиндр отмеряют ($50 \pm 0,5$) мл жидкости и не допуская смачивания стенок выше уровня отметки, помещают пробу в тигель. При необходимости пробу и градуированный цилиндр предварительно охлаждают, чтобы температура испытуемой пробы во время определения температуры вспышки составляла (27 ± 5) °C [(80 ± 10) °F] или была на 10 °C (18 °F) ниже предполагаемой температуры вспышки (в зависимости от того, какая из них ниже). Очень важно, чтобы температура пробы была на 10 °C ниже предполагаемой температуры вспышки во время перемещения пробы из контейнера в цилиндр и из цилиндра в тигель. Пузырьки с поверхности испытуемой пробы убирают кончиком ножа или другим подходящим предметом. Вытирают насухо внутреннюю поверхность крышки чистой тряпочкой или салфеткой, впитывающей влагу; затем закрепляют крышку с устройством контроля температуры на круглом выступе. Соединяют задвижку и активатор зажигательного устройства, если им оборудована установка, с корпусом крышки. При использовании газовой горелки зажигают ее и регулируют пламя так, чтобы его диаметр был 4 мм. Если установка оснащена электрическим зажигательным устройством, его настраивают в соответствии с инструкциями изготовителя. Проверяют способность зажигающего устройства опускаться и подниматься и правильность функционирования установки. Нажимают кнопку пуска. Если сразу же наблюдается вспышка, испытание прекращают и результат этого определения не учитывают. В этом случае следующую испытуемую пробу

следует охладить на 10 °C (18 °F) ниже первоначально установленной температуры испытуемой пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Чтобы не повредить или не сместь систему определения температуры вспышки или устройство измерения температуры, следует соблюдать осторожность при очистке и установке крышки. Необходимо выполнять инструкции изготовителя по надлежащему уходу и содержанию установки.

12.5 Установка автоматически контролирует проведение испытания, установленного в методе настоящего стандарта. При появлении вспышки прибор регистрирует температуру и автоматически прекращает испытание. Если вспышка возникает при первом применении зажигательного устройства, испытание прекращают, результат этого определения не учитывают и испытание повторяют с новой испытуемой пробой. **(ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** Для некоторых смесей, в состав которых входят галогенсодержащие углеводороды, например хлористый метилен или трихлорэтилен, четкой вспышки не наблюдается. Вместо значительного увеличения испытательного пламени (но без ореола) происходит изменение его цвета с голубого на желто-оранжевый. Последующее нагревание и испытание проб этих продуктов при температуре, превышающей температуру окружающей среды, может привести к возгоранию паров за пределами тигля, что увеличивает опасность возникновения пожара. В Приложениях X1 и X2 приведена более подробная информация.

12.6 Когда установка охладится до безопасной температуры [ниже 55 °C (130 °F)], снимают крышку и извлекают тигель, установку очищают в соответствии с инструкциями изготовителя.

13 Протокол испытаний

13.1 Поправка на барометрическое давление. Во время и в месте проведения испытания измеряют и записывают значение барометрического давления. Если давление отличается от значения 101,3 кПа (760 мм рт.ст.), вычисляют температуру вспышки с поправкой на стандартное барометрическое давление:

- 1 Скорректированная температура вспышки = $C + 0,25 (101,3 - p)$
- 2 Скорректированная температура вспышки = $F + 0,06 (760 - P)$ (1)
- 3 Скорректированная температура вспышки = $C + 0,033 (760 - P)$,

где,

C - зафиксированная температура вспышки, °C;

F - зафиксированная температура вспышки, °F; p – барометрическое давление, кПа;

P – барометрическое давление, мм рт.ст

- 13.2 Барометрическое давление, используемое в расчетах, - это

СТ РК 2424-2013

атмосферное давление в лаборатории во время испытания. Некоторые анероидные барометры, например использующиеся на метеорологических станциях и в аэропортах, предварительно откорректированы для снятия показаний на уровне моря. Показания таких барометров не используют.

13.3 В протоколе испытаний указывают скорректированную температуру вспышки с точностью до 0,5 °C (или 1 °F).

14 Точность и отклонение метода

14.1 При рассмотрении показателей точности результатов с доверительной вероятностью 95 % используют следующие критерии:

14.1.1 Сходимость-расхождение между последовательными 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 может превышать следующие значения:

Температура вспышки, °C (°F)	Сходимость, °C (°F)
Ниже 60 °C (140 °F)	1,2 °C (2,0 °F)
60 °C (140 °F) и выше	1,6 °C (3,0 °F)

14.1.2 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 значения:

Температура вспышки, °C (°F)	Воспроизводимость, °C (°F)
Ниже 60 °C (140 °F)	4,3 °C (8 °F)
60 °C (140 °F) и выше	5,8 °C (10 °F)

13.4 Отклонение-определить отклонение от метода настоящего стандарта не представляется возможным, так как температуру вспышки в приборе Тага можно определить только в условиях данного метода. Проводимые межлабораторные испытания подтверждают, что результаты определения температуры вспышки с помощью приборов с ручным и автоматическим управлением совпадают. В случае возникновения спорной ситуации должно быть проведено испытание по методу с применением прибора с ручным управлением, который является арбитражным.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Наличие в продукте хлорсодержащих соединений и воды может привести к значительному различию результатов, полученных с помощью прибора с

ручным и автоматическим управлением. Для таких продуктов показатели точности могут не применяться.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Показатели точности были установлены в 1991 году при выполнении программы¹⁾, предусматривающей испытания проб восьми продуктов. Двенадцать лабораторий проводили испытания с использованием прибора с ручным управлением и семнадцать лабораторий - с использованием установки с автоматическим управлением. Сведения об испытуемых продуктах и среднем значении их температуры вспышки представлены в отчете.

¹⁾ Дополнительную информацию можно найти в отчете R.R:S15-1007, который хранится в Главном управлении ASTM.

Приложение А
(обязательное)

A.1 Прибор

A 1.1 Прибор Тага с закрытым тиглем

A 1.1.1 Прибор Тага с закрытым тиглем состоит из тигля, крышки с зажигательным устройством и ванны с жидкостью, соответствующих приведенным ниже требованиям:

A 1.1.2 Тигель должен быть изготовлен из латуни или другого нержавеющего металла с такой же теплопроводностью и иметь размеры, указанные на Рисунке A.1.1.

A 1.1.3 Крышка

A.1.1.3.1 Крышка круглой формы, изготовленная из нержавеющего металла, имеет обод, выступающий книзу приблизительно на 15,9 мм, скользящую задвижку, устройство, которое одновременно открывает задвижку и нажимает на зажигательное устройство, и наклонную втулку, в которую вставляют уплотнительное кольцо для термометра тигля. На Рисунке A.1.2 изображена верхняя поверхность крышки и указаны расположение и размеры трех отверстий, которые открываются и закрываются с помощью задвижки, а также расположение и размеры отверстия для термометра тигля.

A.1.1.3.2 Обод крышки должен плотно прилегать к круглому выступу ванны с жидкостью, причем величина зазора не должна превышать 0,4 мм, чтобы крышка была плотно прижата к верхней части тигля, находящегося в ванне. Если это требование не соблюдается, необходимо добиться вертикального расположения тигля в ванне с помощью тонкого металлического кольца, помещенного под бортик тигля.

A.1.1.3.3 Задвижка должна быть такого размера и формы, чтобы она закрывала все три отверстия в крышке в положении «закрыто» и открывала их полностью в положении «открыто». Сопло устройства воздействия пламенем (если такое устройство используется) по размерам должно соответствовать указанным в Таблице A.1.1. Зажигательное устройство должно иметь такую конструкцию, чтобы задвижка, открывающая отверстие, надавливала наконечник устройства в точке, находящейся приблизительно на 2 мм правее горизонтальной оси, проходящей через середину отверстия крышки (Рисунок A.1.3). Зажигательное устройство устанавливают примерно в центре отверстия. Если наконечник полностью опущен, его нижняя часть должна находиться ниже уровня крышки.

A.1.1.3.4 Втулку с уплотнительным кольцом для термометра тигля располагают под углом, чтобы шарик термометра находился приблизительно в центре тигля (по горизонтали), на расстоянии, указанном в Таблице A1.1.

A.1.1.4 Ванна для жидкости, имеющая размеры, указанные на рисунке A.1.3, может быть изготовлена из латуни, меди или из другого

нержавеющего металла. Наиболее предпочтительно использование листового металла № 20 B&S толщиной 0,812 мм. Для обеспечения поддержания требуемой температуры желательно облицевать ванну теплоизолирующим материалом.

А.1.1.5 Нагревательный прибор любого типа (электрический, газовый и т. п.), обеспечивающий температуру в соответствии с разделом 9. Рекомендуется использовать электрический нагревательный прибор, регулируемый трансформатором.

А.1.1.6 Подставка для ванны. При использовании электрического нагревательного прибора используют подставку любого типа. Для спиртовой лампы или газовой горелки требуется подставка, приведенная на Рисунке 1 настоящего стандарта, защищающая устройство подогрева от движения воздуха (если испытания проводят в помещении, в котором происходит заметное движение воздуха).

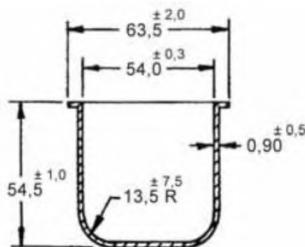
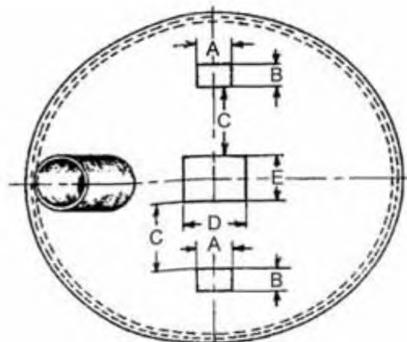
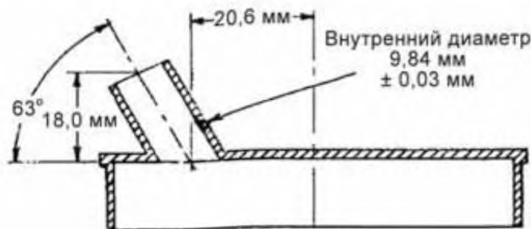


Рисунок А.1.1 – Тигель для пробы



A – 7,15 мм
B – 4,78 мм
C – 15,10 мм
D – 11,92 мм
E – 10,32 мм

ПРИМЕЧАНИЕ Все размеры (если не указано иное) имеют допуск $\pm 0,13$ мм.



ПРИМЕЧАНИЕ Размеры и расположение втулки для термометра являются рекомендуемыми.

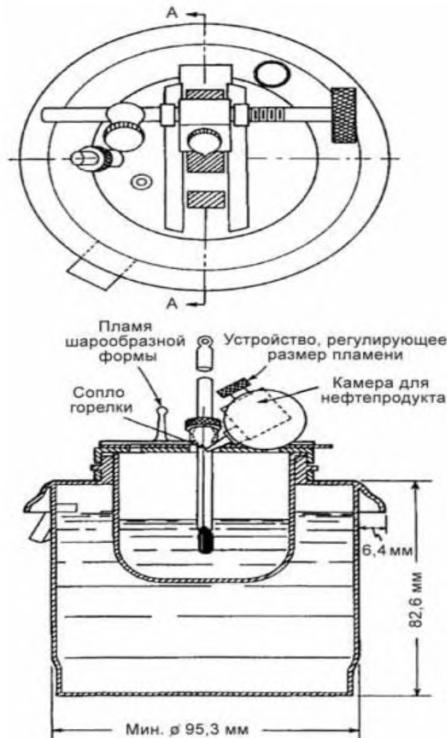
Соответствие размеров

ММ	ММ
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

Рисунок А.1.2 – Верхняя поверхность крышки и размеры отверстий

Таблица А.1.1 – Требования к размерам

Расстояние от верхней части тигля до уровня жидкости в ванне	$27,8 \pm 0,4$ мм
Расстояние от верхней части тигля до уровня пробы	$29,4 \pm 0,8$ мм
Расстояние от нижней точки шарика термометра до верхней части тигля (когда он установлен в тигель)	$45,0 \pm 0,8$ мм
Внутренний диаметр тигля	$54,0 \pm 0,3$ мм
Диаметр пламени на верхней части крышки	$4,0 \pm 0,8$ мм
Внутренний диаметр сопла в верхней части пламенного устройства	$1,2 \pm 0,3$ мм
Наружный диаметр сопла в верхней части пламенного устройства	Не более 2,0 мм



Соответствие размеров

ММ	ММ
0,03	10,32
0,13	11,92
4,78	15,10
7,15	18,0
9,84	20,6

Рисунок А.1.3 – Ванна для жидкости и тигель в приборе с ручным управлением в разрезе

A.2 Проверка функционирования аппаратуры

A.2.1 Аттестованный стандартный 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 СТ РК ASTM D6300-2013 (действующего взамен ASTM RR:D02-1007) или Руководства ИСО 34 и Руководства ИСО 35.

Таблица А.2.1-Температура вспышки и допускаемые предельные отклонения CRM

Углеводород	Чистота, молярная доля, %, не менее	Температура вспышки, °C	Предельные отклонения, °C
n- декан	99	50,9	± 2,3
n-ундекан	99	67,1	± 2,3

A.2.1.1 Значения температуры вспышки, скорректированные на барометрическое давление для некоторых стандартных образцов, и предельные отклонения этих значений приведены в таблице А.2.1 (Примечание А.2.2). Каждую партию стандартных образцов поставщики должны сопровождать сертификатом, в котором указывают их температуру вспышки. Предельные отклонения для других CRM можно определить, уменьшив значение воспроизводимости данного метода испытания на результат, полученный в межлабораторных испытаниях, и затем умножив на 0,7 (отчет RR:S15-1007).

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.1 Дополнительную информацию о межлабораторных исследованиях по определению температуры вспышки можно найти в отчете RR:S15-1010.

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.2 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 ASTM (отчет RR:S15-1010¹⁾) 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 СТ РК ASTM D6300-2013 (взамен действующего ранее RR:D02-1007) или Руководства ИСО 34 и Руководства ИСО 35. Перед использованием этих продуктов следует внимательно изучить сертификаты на партию поставляемого продукта, так как значение температуры вспышки в значительной степени зависит от состава CRM.

¹⁾ Вспомогательные данные были поданы в штаб-квартире ASTM International и могут быть получена путем запроса Research Report RR: S15-1010.

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.3 n-ксилол, полученный от любого известного поставщика химических веществ, можно использовать в качестве стандартные образцы при условии, что она отвечает требованиям, приведенным в А.2.1.1.

A.2.2 Вторичная рабочая смесь (SWS) - это насыщенный углеводород, степень чистоты которого не менее 99 молярных долей, или другой

СТ РК 2424-2013

нефтепродукт, состав которого известен и который можно считать стабильным.

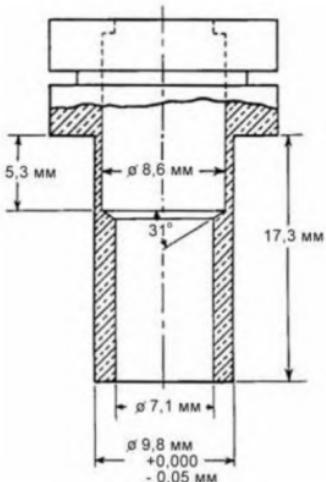
A.2.2.1 Среднее значение температуры вспышки и предельные контрольные отклонения (За) для вторичной рабочей смеси определяют с применением стандартных статистических методов (Примечание А.2.4). См. СТ РК ASTM D6299-2013.

ПРИМЕЧАНИЕ А.2.4 Типовая методика определения среднего значения температуры вспышки предусматривает испытание представительных проб продуктов на предварительно проверенной с использованием CRM аппаратуре, статистический анализ результатов и расчет среднего арифметического значения без учета резко выделяющегося значения; или проведение работ по межлабораторной программе с участием трех лабораторий, каждая из которых проводит испытания двух представительных проб и проводит расчет среднего значения температуры вспышки с применением стандартных статистических методов.

А.3 Настройки при изготовлении аппаратуры

A.3.1 Термометр тигля, который соответствует также требованиям, предъявляемым к термометрам с диапазоном измерения низких температур, используемым для определения температуры вспышки в приборе Мартенс-Пенского по методу СТ РК ИСО 2719, снабжен металлическим или политетрафторэтиленовым уплотнительным кольцом, предназначенным для закрепления термометра во втулке, расположенной на крышке прибора для определения температуры вспышки. Это уплотнительное кольцо поставляют с переходником, который используется для втулки большего диаметра, применяемой в приборе Мартенс-Пенского. Разница в размерах этих втулок не влияет существенным образом на результат испытаний, однако является причиной излишнего беспокойства для изготовителей и поставщиков приборов, а также для пользователей.

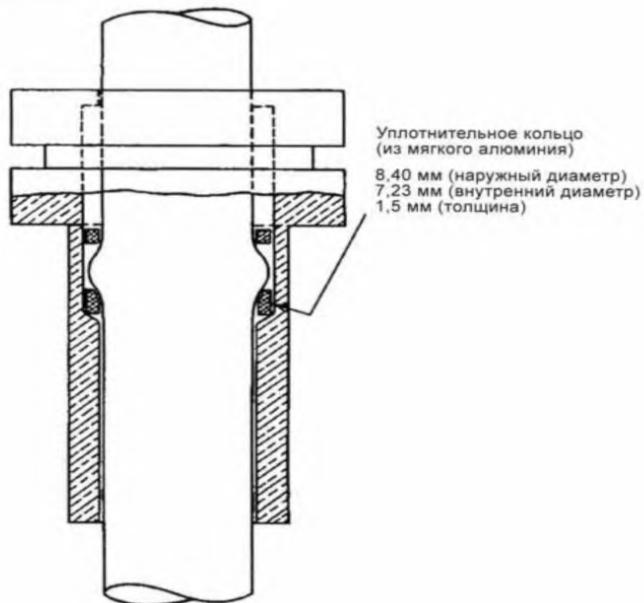
A.3.2 Подкомитет Е01.21 по стандартным образцам, квалификационным испытаниям и аккредитации лабораторий, изучив эту проблему, установил требования к размерам втулки. Эти размеры указаны на Рисунках А.1.1, А.3.1 и А.3.2. Соответствие требованиям по размерам не обязательно, но желательно как для пользователей, так и для поставщиков приборов Тага с закрытым тиглем.



Соответствие размеров

ММ	ММ
0,05	8,6
5,3	9,8
7,1	17,3

Рисунок А.3.1 – Размеры втулки для термометра (рекомендуемые)



Соответствие размеров

ММ
1,5
7,23
8,40

**Рисунок А.3.2 – Размеры уплотнительного кольца термометра
(рекомендуемые)**

Приложение X.1
(информационное)

X.1 Явление «искажения» температуры вспышки

X.1.1 При определении температуры вспышки некоторых смесей может возникнуть ситуация, когда невоспламеняемый компонент пробы обладает способностью быть неактивным в виде пара над поверхностью жидкости, и вследствие этого - препятствовать возникновению вспышки. В этом случае температура вспышки продукта «маскируется», поэтому результат определения температуры вспышки либо завышен, либо вспышка отсутствует.

X.1.2 Явление «искажения» температуры вспышки наиболее часто наблюдается для воспламеняющихся жидкостей, в состав которых входят некоторые галогенсодержащие углеводороды, например дихлорметан (хлористый метилен) и трихлорэтилен.

X.1.3 В таких условиях четкая вспышка (как определено в 3.1.1) не наблюдается. Вместо значительного распространения пламени наблюдается изменение его цвета с голубого на желтооранжевый.

X.1.4 Длительное нагревание и определение температуры вспышки при температуре, превышающей температуру окружающей среды, становится причиной значительного нагревания воспламеняющихся паров за пределами тигля, например над испытательным пламенем. Если такое явление не распознать, оно может стать причиной возникновения пожара.

X.1.5 В случае возникновения такого явления при определении температуры вспышки указанных видов продуктов испытание рекомендуется прекратить.

X.1.6 Более подробная информация, касающаяся определения температуры вспышки и воспламеняемости смесей, приведена в ASTM E 502

**Приложение X.2
(информационное)**

X2 Определение температуры вспышки и воспламеняемости смесей

X.2.1 Температура вспышки может использоваться для характеристики воспламеняемости жидких продуктов с целью определения их области применения, однако температура вспышки не является самой низкой температурой, при которой продукт содержит воспламеняющиеся пары.

X.2.2 Для некоторых чистых продуктов при отсутствии вспышки воспламеняемость все же имеет место. К этой категории относятся продукты, требующие большого пространства для возникновения вспышки, например трихлорэтилен. Воспламенение этого продукта отсутствует в приборе, размеры которого такие же, как и у прибора для определения температуры вспышки, однако его пары являются воспламеняемыми и загораются при поджигании в приборе достаточных размеров.

X.2.3 Если жидкость содержит воспламеняющиеся и невоспламеняющиеся компоненты, могут иметь место следующие явления. Жидкость может содержать воспламеняемые пары при определенных условиях и не вспыхивать в закрытом тигле. Это явление происходит тогда, когда невоспламеняющийся компонент является летучим и присутствует в достаточном количестве для того, чтобы пары в закрытом тигле были инертными, предотвращая тем самым вспышку. Кроме того, бывают случаи, когда в парах присутствует значительное количество невоспламеняющегося компонента и продукт в этом случае не вспыхивает.

X.2.4 Жидкости, содержащие высоколетучий невоспламеняющийся компонент или примесь, не вспыхивающие вследствие воздействия на них невоспламеняющегося компонента, могут образовывать с воздухом в соответствующих пропорциях воспламеняющиеся смеси, если полностью испарятся.

Приложение Е
(информационное)

Таблица Е.1 - Перечень технических отклонений модифицированного национального стандарта

Раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение	Модификация
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки на приборе Мартенс-Пенского с закрытым тиглем) была заменена на СТ РК ИСО 2719 ¹ -2005 «Определение температуры вспышки. Метод с использованием прибора Мартенс – Пенского с закрытым тиглем».
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки жидкостей на установке с закрытым тиглем с малой шкалой) была заменена на СТ РК ASTM D3828-2013 «Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле малого размера».
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов) была заменена на СТ РК ИСО 3170 ² -2006 «Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб».
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Практика для применения статистических обеспечений качества и методы контроля диаграмм для оценки производительности системы аналитического измерения) была заменена на СТ РК ASTM D6299-2013 «Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы».
Раздел 2. Нормативные ссылки	Ссылка на стандарт ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Руководство по определению показателей точности и отклонения методов испытания нефтепродуктов и смазочных материалов) была заменена на СТ РК ASTM D6300-2013 «Руководство для определения данных точности и погрешности для использования в методах тестирования для нефтяных продуктов и смазывающих веществ».

СТ РК 2424-2013

Таблица Е.1 - Перечень технических отклонений модифицированного национального стандарта (продолжение)

Раздел 1. Область применения. Пункт 1.1.1 Приложение А.3 Пункт А.3.1	Ссылка на стандарт ASTM D 93:2013 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки на приборе Мартенс-Пенского с закрытым тиглем) была заменена на СТ РК ИСО 2719 ¹ -2005 «Определение температуры вспышки. Метод с использованием прибора Мартенс –Пенского с закрытым тиглем».
Раздел 1. Область применения. Пункт 1.3	Ссылка на стандарт ASTM D 3828:2012 Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester (Методы определения температуры вспышки жидкостей на установке с закрытым тиглем с малой шкалой) была заменена на СТ РК ASTM D3828-2013 «Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле малого размера»
Раздел 7. Отбор проб. Пункт 7.3	Ссылка на стандарт ASTM D 4057:2012 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов) была заменена на СТ РК ИСО 3170 ² -2006 «Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб».
Приложение А. Пункт A.2.2.1	Ссылка на стандарт ASTM D 6299:2013 Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance (Практика для применения статистических обеспечений качества и методы контроля диаграмм для оценки производительности системы аналитического измерения) была заменена на СТ РК ASTM D6299-2013 «Руководство для применения статистического анализа продукции и методов контрольных работ для оценки аналитических мер производительности системы».
Приложение А. Пункт A.2.1	Ссылка на стандарт ASTM D 6300:2013 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Руководство по определению показателей точности и отклонения методов испытания нефтепродуктов и смазочных материалов) была заменена на СТ РК ASTM D6300-2013 «Руководство для определения данных точности и погрешности для использования в методах тестирования для нефтяных продуктов и смазывающих веществ».
Пояснение: Замена нормативных ссылок произведена с целью гармонизации настоящего стандарта с базой нормативных документов Республики Казахстан.	
¹ степень соответствия – (IDT) идентичный	
² степень соответствия – (IDT) идентичный	

УДК 665.761.3.035

МКС 75.080

Ключевые слова: горючий; пожароопасность; легковоспламеняющийся;
вспышка; тага в закрытом тигле;

Басуга _____ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16
Қағазы оғсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»

Шартты баспа табагы 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