НЕФТЕПРОДУКТЫ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР ВСПЫШКИ И ВОСПЛАМЕНЕНИЯ В ОТКРЫТОМ ТИГЛЕ
ГОСТ 4333-87 (СТ СЭВ 5469-86)

**Petroleum products.
Methods for determination of flash and
ignition points in open crucible**

Группа Б09

ОКСТУ 0209

Срок действия с 01.07.88 до 01.07.94

части метода Б до 01.07.9I

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Изменение № 1 Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 12.12.89 № 3660 (ИУС №3, 1990)
Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт устанавливает методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле по методам Кливленда (метод А) и Бренкена (метод Б).

При возникновении разногласий в оценке качества нефтепродукта определение проводят по методу Кливленда.

Сущность методов заключается в нагревании пробы нефтепродукт в открытом тигле с установленной скоростью до тех пор, пока не произойдет вспышка паров (температура вспышки) нефтепродукта над его поверхностью от зажигательного устройства и пока при дальнейшем нагревании не произойдет загорание продукта (температура воспламенения) с продолжительностью горения не менее 5 с.

Термины, применяемые в стандарте, и пояснения к ним приведены в приложении.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Аппарат для определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле типов ТВО (ТВ-2) или полуавтоматические и автоматические типа АТВО (АТВ-2), дающие результаты в пределах допускаемых расхождений по методу Кливленда

При возникновении разногласий в оценке качества нефтепродукта определение проводят вручную.

Экран трехстворчатый, окрашенный с внутренней стороны черной краской, с секциями шириной (46±1) см и высотой (60*5) см или щит высотой 55-65 см из листовой кровельной стали, окрашенный с внутренней стороны черной краской.

Термометр типа ТН-2 по ГОСТ 400-80.

Секундомер любого типа.

Барометр ртутный или барометр-анероид с погрешностью измерения не более 0,1 кПа.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026-76.

Пипетка.

Щетка металлическая.

Бензин-растворитель с пределами выкипания от 50 до 170°С или нефрас С50/170 по ГОСТ 8505-80.

Осушающие реагенты (обезвоженные): натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166-76 или натрий сернокислый технический по ГОСТ 6318-77, или кальций хлористый технический по ГОСТ 450-77, или натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

Допускается применять импортную посуду, аппаратуру и реактивы по классу точности и квалификации не ниже предусмотренных стандартом.

Дополнительно для метода Б.

Аппарат для определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле по методу Бренкена (типа ЛТВО).

(Измененная редакция, Изм. №1)

2. МЕТОД А

2.1. Подготовка к испытанию

2.1.1. Подготовка пробы.

2.1.1.1. Пробу тщательно и осторожно перемешивают.

2.1.1.2. Пробы твердых нефтепродуктов предварительно расплавляют.

Температура пробы после нагревания должна быть ниже предполагаемой температуры вспышки не менее чем на 56 °С.

2.1.1.3. Испытуемый нефтепродукт, содержащий волу, сушат встряхиванием с одним из осушающих реагентов при комнатой температуре. Нефтепродукты с температурой вспышки до 100 °С сушат при температуре не выше 20 °С. Вязкие нефтепродукты (вязкость при 100 °С свыше 16,5 $мм^2/с$) сушат при температуре не более 80°С.

Затем пробы фильтруют и декантируют.

2.1.2. Подготовка аппарата

2.1.2.1. Аппарат устанавливают на горизонтальном столе в таком месте, где нет заметного движения воздуха и вспышка хорошо видна. Для защиты от движения воздуха аппарат с трех сторон окружают экраном или щитом. Перед проведением каждого испытания аппарат охлаждают.

2.1.2.2. При работе с токсичными продуктами или продуктами, содержащими ароматические углеводороды (продукты пиролиза), пары которых являются токсичными, аппарат помещают вместе с экраном или со щитом в вытяжной шкаф. При температуре на 56°С ниже предполагаемой температуры вспышки движение воздуха в вытяжном шкафу следует поддерживать без создания сильных потоков над тиглем, для чего необходимо работать при закрытой верхней заслонке вентиляционного устройства вытяжного шкафа.

2.1.2.3. Перед каждым испытанием тигель промывают растворителем. Углеродистые отложения удаляют металлической щеткой. Затем тигель промывают холодной дистиллированной водой и высушивают на открытом пламени или горячей электроплитке. Тигель охлаждают до температуры не менее чем на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки и помещают его в аппарат.

2.1.2.4. В тигель помещают термометр в строго вертикальном положении так, чтобы нижний конец термометра находился на расстоянии 6 мм от дна тигля и на равном расстоянии от центра и от стенок тигля.

2.1.2.5. Аппараты и правильность результатов определений рекомендуется проверять по государственным стандартным образцам ГСО ТОТ 4407-88-ГСО ТОТ 4410-88.

Аппарат пригоден к испытанию нефтепродуктов и выдержаны условия испытания, если разность результатов определения температуры вспышки ГСО в аттестованной характеристикой ГСО не превышает значения абсолютной погрешности для данного аттестованного ГСО.

Порядок применения ГСО изложен в инструкции к свидетельству.

(Измененная редакция, Изм. №1)

2.2. Проведение испытания

2.2.1. Тигель заполняют нефтепродуктом так, чтобы верхний мениск точно совпадал с меткой. При наполнении тигля выше метки избыток нефтепродукта удаляют пипеткой пли другим соответствующим приспособлением. Удаляют пузырьки воздуха с поверхности пробы. Не допускается смачивание стенок

тигля выше уровня жидкости.

При попадании нефтепродукта на внешние стенки тигля тигель освобождают от нефтепродукта и обрабатывают по пп. 2.1.2.3

2.2.2. Тигель с пробой нагревают пламенем газовой горелки или при помощи электрообогрева сначала со скоростью 14-17 °С в минуту. Когда температура пробы будет приблизительно на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки, скорость подогрева регулируют так, чтобы последние 28°С перед температурой вспышки нефтепродукт нагревался со скоростью 5-6°С в минуту.

2.2.3. Зажигают пламя зажигательного устройства и регулируют его таким образом, чтобы размер диаметра пламени был примерно 4 мм. Его сравнивают с лекалом (шариком-шаблоном), вмонтированным в аппарат.

2.2.4. Начиная с температуры не менее чем на 28 °С ниже температуры вспышки, каждый раз применяют зажигательное устройство при повышении температуры пробы на 2°С. Пламя зажигательного устройства перемещают в горизонтальном направлении, не останавливаясь над краем тигля, и проводят им пал центром тигля в одном направлении в течение 1 с.

При последующем повышении температуры перемещают пламя зажигания в обратном направлении.

2.2.5. За температуру вспышки принимают температуру, показываемую термометром при появлении первого синего пламени над частью или над всей поверхностью испытуемого нефтепродукта.

В случае появления неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой через 2 °С.

Голубой круг (ореол), который иногда образуется вокруг пламени зажигания, во внимание не принимают.

2.2.6. Для определения температуры воспламенения продолжают нагрев пробы со скоростью 5-6°С в минуту и повторяют испытание пламенем зажигательного приспособления через каждые 2°С подъема температуры нефтепродукта.

2.2.7. За температуру воспламенения принимают температуру, показываемую термометром в тот момент, в который испытуемый нефтепродукт при поднесении к нему пламени зажигательного приспособления загорается и продолжает гореть не менее 5 с.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Если барометрическое давление во время испытания ниже чем 95,3 кПа (715 мм рт.ст.), то необходимо к полученным значениям температуры вспышки и температуры воспламенения ввести соответствующие поправки по табл. 1.

Таблица 1

Барометрическое давление, кПа (мм рт. ст.)	Поправка, °С
От 95,3 до 88,7 (от 715 до 665)	+2
” 88,6 ” 81,3 (” 654 ” 610)	+4
” 81,2 ” 73,3 (“ 609 ” 550)	+6

2.3.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, округленное до целого числа и выраженное в градусах Цельсия.

2.4. Точность метода

2.4.1. Сходимость

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл.2.

2.4.2. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-

ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл.2.

Таблица. 2

Наименование показателя	Сходимость, °С	Воспроизводимость, °С
Температура вспышки	5	16
Температура воспламенения	8	14

3. МЕТОД Б

3.1. Подготовка к испытанию

Подготовка к испытанию проводится по пп. 2.1-2.1.2.3.

3.2. Проведение испытания

3.2.1. Тигель охлаждают до температуры 15-25°С и ставят в наружный тигель аппарата с прокаленным песком так, чтобы песок был на высоте около 12 мм от края внутреннего тигля, а между дном этого тигля и наружным тиглем был песок, толщина слоя которого 5-8 мм, что проверяется шаблоном.

3.2.2. Во внутренний тигель с нефтепродуктом устанавливают термометр в строго вертикальном положении так, чтобы ртутный шарик находился в центре тигля приблизительно на одинаковом расстоянии от дна тигля и от уровня нефтепродукта, и закрепляют термометр в таком положении в лапке штатива.

3.2.3. Испытуемый нефтепродукт наливают во внутренний тигель так, чтобы уровень жидкости отстоял от края тигля на 12 мм для нефтепродуктов со вспышкой до 210 °С включительно и на 18 мм для нефтепродуктов со вспышкой выше 210 °С.

Правильность налива нефтепродукта проверяют шаблоном, налив нефтепродукта производят до соприкосновения поверхности нефтепродукта с острием указателя высоты уровня Жидкости.

При наливании не допускается разбрызгивание нефтепродукта и смачивание стенок внутреннего тигля выше уровня жидкости.

3.2.4. Наружный тигель аппарата нагревают пламенем газовой горелки или лампы Бартеля или электрообогревом так, чтобы испытуемый нефтепродукт нагревался на 10 °С в 1 мин.

За 40 °С предполагаемой температуры вспышки нагрев ограничивают до 4 °С в 1 мин.

3.2.5. За 10 °С до предполагаемой температуры вспышки проводят медленно по краю тигля на расстоянии 10-14 мм от поверхности испытуемого нефтепродукта и параллельно этой поверхности пламенем зажигательного приспособления. Длина пламени должна быть 3-4 мм. Время продвижения пламени от одной стороны тигля до другой 2-3 с.

Такое испытание повторяют через каждые 2°С подъема температуры.

3.2.6. За температуру вспышки принимают температуру, показываемую термометром при появлении первого синего пламени над частью или над всей поверхностью испытуемого нефтепродукта.

В случае появления неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой через 2°С.

Истинную вспышку не следует смешивать с отблеском от пламени зажигательного приспособления.

3.2.7. Для определения температуры воспламенения продолжают нагревание наружного тигля так, чтобы нефтепродукт нагревался со скоростью 4°С в 1 минуту и повторяют испытание пламенем зажигательного приспособления через каждые 2°С подъема температуры нефтепродукта.

3.2.8. За температуру воспламенения принимают температуру, показываемую термометром в тот момент, в который испытуемый нефтепродукт при поднесении к нему пламени зажигательного приспособления загорается и продолжает гореть не менее 5 с.

3.3. Обработка результатов

Обработка результатов проводится по пп. 2.3.1-2.3.2.

3.4. Точность метода

3.4.1. Сходимость

Два результата определений температуры вспышки, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверным (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 4 °С.

Расхождение между двумя последовательными определениями температуры воспламенения не должно превышать 6°С.

3.4.2. Воспроизводимость (для температуры вспышки)

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 16 °С.

ПРИЛОЖЕНИЕ
(Справочное)

ТЕРМИНЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В СТАНДАРТЕ, И ПОЯСНЕНИЯ К НИМ

Термин	Пояснение
Температура вспышки нефтепродукта в открытом тигле	Минимальная температура, при которой пары продукта, нагреваемого в условиях, установленных настоящим стандартом, образуют с окружающим воздухом смесь, вспыхивающую при поднесении к ней пламени
Температура воспламенения нефтепродукта	Минимальная температура, при которой продукт, нагреваемый в условиях, установленных настоящим стандартом, загорается при поднесении к нему пламени н горит не менее 5 с

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Е. М. Никоноров, В. В. Булатников, В. Д. Милованов, Г. И. Москвина, Л. А. Садовникова, Л. Г. Нехамкина, Т. И. Довгополая

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 2911

3. Срок первой проверки 1993 г.

4. Стандарт соответствует требованиям СТ СЭВ 5469-86 в части метода А

В стандарт введен международный стандарт ИСО 2592-73

5. ВЗАМЕН ГОСТ 4333-48

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 400- 80	1
ГОСТ 450-77	1
ГОСТ 4166-76	1
ГОСТ 4233-77	1

ГОСТ 6318-77	1
ГОСТ 6709-72	1
ГОСТ 8505-80	1
ГОСТ 12026-76	1