
**Определение температуры вспышки.
Ускоренный метод определения в
закрытом тигле в равновесных
условиях**

Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3679:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 3679:2004(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3679:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2004

Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Оглавление

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	2
5 Реактивы и материалы.....	2
6 Аппаратура.....	2
7 Подготовка аппаратуры	3
8 Отбор проб.....	4
9 Обработка пробы	4
10 Методика	4
11 Расчеты	6
12 Представление результатов	6
13 Сходимость	6
14 Протокол испытания.....	7
Приложение А (нормативное) Аппаратура для определения температуры вспышки.....	8
Приложение В (нормативное) Технические требования к термометру.....	13
Приложение С (информативное) Проверка аппаратуры	14
Приложение D (информативное) Применение тигельной вставки.....	17
Библиография.....	18

Предисловие

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

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 3679 подготовлен Техническими комитетами ISO/TC 28, *Нефтепродукты и смазочные материалы* и ISO/TC 35, *Краски и лаки*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 3679:1983), которое было пересмотрено технически.

[ISO 3679:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ec33dc05-0eae-4791-a132-a6321bb4b5ea/iso-3679-2004>

Введение

Настоящий международный стандарт описывает один из двух методов определения температуры вспышки в закрытом тигле красок, лаков, связующих краски, растворителей, клеев, нефтяных и относящихся к ним продуктов, находящихся в равновесном состоянии. При выборе метода его следует рассматривать совместно со вторым методом, приведенным в ISO 1523^[4]. При применении совместно с детектором вспышки (A.1.6) настоящий международный стандарт может использоваться для определения температуры вспышки метиловых эфиров жирных кислот (FAME).

В обоих стандартах ISO 3679 и ISO 1523 испытания проводят только тогда, когда испытуемый материал и паровоздушная смесь над ним в тигле для испытания находятся приблизительно в температурном равновесии.

С помощью аппаратуры, установленной в данном международном стандарте, можно получить аналогичные результаты ускоренным методом с меньшим количеством образца (2 мл или 4 мл), чем требуется в ISO 1523. Кроме того, прибор может быть выполнен в портативном исполнении, что позволяет использовать его на месте испытания в дополнение к своему нормальному использованию в лаборатории.

Совместная работа (см. [6] в Библиографии) показала, что результаты, полученные по этим методикам сопоставимы. При интерпретировании результатов температуры вспышки для смесей растворителей, содержащих галоидопроизводные углеводороды, следует соблюдать особую осторожность, поскольку эти смеси могут давать аномальные результаты (см. [7] в Библиографии).

Значения температуры вспышки не являются постоянным физико-химическим свойством испытуемых материалов. Они зависят от конструкции прибора, условий в которых он работает, а также от выполнения рабочей методики. Поэтому температура вспышки может быть определена только на основании стандартного метода испытания, и нет гарантированной общей достоверной корреляции между результатами, полученными разными методами⁴ или на испытательной аппаратуре, отличающейся от установленной.

Определение температуры вспышки. Ускоренный метод определения в закрытом тигле в равновесных условиях

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Применение данного международного стандарта может касаться вредных для здоровья материалов, операций и оборудования. Данный международный стандарт не рассматривает все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь данного международного стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и здравоохранения и определение возможности применения обязательных ограничений до начала его применения.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения температуры вспышки в закрытом тигле красок (включая водорастворимые краски), лаков, связующих красок, клеев, растворителей, нефти и относящихся к ней продуктов, имеющих температуру вспышки в закрытом тигле в интервале от - 30 °C до 300 °C. При применении совместно с детектором вспышки (A.1.6) настоящий международный стандарт может использоваться для определения температуры вспышки метиловых эфиров жирных кислот (FAME).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего документа. Для жестких ссылок применяется только цитируемое издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

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

ISO 3170:2004, *Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб*

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

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

3 Термины и определения

Применительно к данному документу использованы следующие термины и определения.

3.1

температура вспышки flash point

самая низкая температура пробы для анализа (измеренная предписанным образом), с поправкой на барометрическое давление 101,3 кПа, при которой пламя испытания вызывает моментальное возгорание паров этой пробы и распространение пламени по поверхности жидкости при установленных условиях испытания

4 Принцип

Проба для анализа установленного объема вводится в тигель для испытания, температура которого выдерживается при предполагаемой температуре вспышки испытуемого материала. Через установленное время подводят пламя и наблюдают отсутствие или наличие вспышки. Последующие испытания со свежими пробами для анализа выполняют при разных температурах до тех пор, пока не будет определена температура вспышки с установленной степенью точности.

5 Реактивы и материалы

5.1 Моющий растворитель

Соответствующий растворитель, предназначенный для удаления следов предыдущей порции из чашки тигля и крышки.

ПРИМЕЧАНИЕ Выбор растворителя зависит от предыдущих материалов испытания и от вязкости остатка. Ароматические растворители низкой летучести (без бензола) могут использоваться для удаления следов масла, а смешанные растворители, такие как толуол-ацетон-метанол могут быть эффективны для удаления отложений смолянистого типа.

5.2 Контрольные жидкости

Ряд сертифицированных эталонных материалов (CRM) и/или вторичные рабочие эталоны (SMS) описаны в Приложении С.

6 Аппаратура

6.1 Общие положения

Аппаратура, описанная в Приложении А, включает тигель для испытания и крышку в сборе. Там же указаны их размеры и специальные требования. Они показаны на Рисунке от А.1 до А.5. Для измерения температур вспышки во всем диапазоне от -30 °С до 300 °С может потребоваться более одного прибора.

6.2 Шприцы

6.2.1 Шприц 2 мл, с погрешностью подачи 2,00 мл ± 0,05 мл, оснащенный при необходимости иглой, пригодной для применения с прибором при температурах испытаний до 100 °С включительно. При испытаниях FAME (метиловых эфиров жирных кислот) пробы 2 мл используют при всех температурах.

6.2.2 Шприц 5 мл, с погрешностью подачи 4,00 мл ± 0,10 мл, оснащенный при необходимости иглой, пригодной для применения с прибором при температурах испытаний выше 100 °С. При испытаниях FAME (метиловых эфиров жирных кислот) шприц 5 мл не требуется.

6.3 Барометр, с точностью измерения до 0,1 кПа. Барометры с предварительной коррекцией показаний на уровень моря, подобные тем, которые используются на метеостанциях и в аэропортах, не применяют.

6.4 Нагревательная ванна или печь (по заказу) для нагрева образцов, при необходимости, с возможностью регулирования температуры с точностью до ± 5 °С. Если используется печь, она должна быть взрывобезопасной для паров углеводородов.

Рекомендуется, чтобы печь имела конструкцию с защитой от взрыва.

6.5 Охлаждающая ванна или морозильный аппарат (по заказу) для охлаждения образцов, при необходимости, имеет возможность охлаждать образец на 10 °С ниже предполагаемой температуры

вспышки и регулировать температуру с точностью до ± 5 °С. Если применяется морозильный аппарат, он должен иметь конструкцию с защитой от взрыва.

6.6 Вытяжной кожух (по заказу), устанавливается сзади и с двух сторон прибора, если необходимо уменьшить до минимума тягу.

ПРИМЕЧАНИЕ Подходит кожух высотой 350 мм, шириной 480 мм и глубиной 240 мм.

6.7 Тигельная вставка (по заказу). См. Приложение D

ПРИМЕЧАНИЕ Для образцов, которые трудно удалить, можно использовать вставную чашку из тонкого металла.

7 Подготовка аппаратуры

7.1 Общее положение

Выбирают прибор, соответствующий предполагаемой температуре вспышки. Правильную настройку и работу приборы выполняют, следуя инструкциям изготовителя. Применение тигельной вставки (6.7) для потенциально клейких материалов описано в Приложении D.

7.2 Расположение аппаратуры

Выставляют прибор (Приложение A) по уровню на горизонтальной устойчивой поверхности в таком месте, где не сквозняков.

Рекомендуется применение вытяжного кожуха (6.6), если отсутствует защита от тяги.

ПРИМЕЧАНИЕ Если испытываемые материалы могут образовать токсические пары, прибор можно поместить в вытяжной шкаф с индивидуальным регулированием воздушного потока, настроенным таким образом, что пары можно удалять, не вызывая воздушных потоков вокруг тигельной чаши во время испытания.

7.3 Очистка тигельной чаши и вспомогательных устройств

Тигель, крышку и вспомогательные устройства очищают от следов смолы или остатков от предыдущего испытания с помощью соответствующего растворителя (5.1). Уход и техническое обслуживание прибора выполняют, следуя инструкциям изготовителя.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Для удаления последних следов использованного растворителя может применяться струя чистого сухого воздуха.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Отверстие для заполнения можно легко очистить ершиком для чистки трубки.

7.4 Проверка аппаратуры

7.4.1 Правильную работу аппаратуры проверяют не менее одного раза в год, проводя испытание на сертифицированном эталонном материале (CRM). Полученный результат должен быть менее или равен $R/\sqrt{2}$ от сертифицированного значения CRM, где R – воспроизводимость метода (см. в 13.3)

Рекомендуется проводить более частые проверки, используя вторичные рабочие эталоны (SMSs) (5.2).

ПРИМЕЧАНИЕ Рекомендуемая методика проверки аппарата по сертифицированным эталонным материалам (CRMs) и вторичным рабочим эталонам (SMSs), а также изготовление SMSs приведена в Приложении A.

7.4.2 Цифровые значения, полученные во время контрольной проверки нельзя использовать ни для констатации систематической ошибки, ни для коррекции температур вспышки, впоследствии определенных на данной аппаратуре.

Если прибор не прошел испытание, оператору рекомендуется проверить что:

- a) крышка с тиглем находятся в герметичном контакте;
- b) шторки (жалюзи) обеспечивают светонепроницаемое уплотнение;
- c) адекватная теплопроводная паста окружает шарик термометра и погруженную часть столбика термометра.

8 Отбор проб

8.1 Если не установлено иначе, образцы отбирают в соответствии с методиками, приведенными в ISO 15528, ISO 3170 или ISO 3171, или в эквивалентном национальном стандарте.

8.2 Достаточный объем испытуемой пробы помещают в герметически закрытый контейнер, изготовленный из материала, соответствующего жидкости отбираемой пробы. В целях безопасности необходимо обеспечить заполнение контейнера пробой только между 85 % и 95 % от его вместимости.

Если предполагается более одного определения, то объем представительного образца должен выбираться так, чтобы выполнялись условия 9.1.1.

8.3 Образцы хранят в условиях, позволяющих свести к минимуму потерю паров и рост давления. Избегают хранить образцы при температуре выше 30 °C.

9 Обработка пробы

9.1 Нефтяные продукты и метиловые эфиры жирных кислот

9.1.1 Представительный образец. Охлаждают образец в охладительной ванне или морозильной камере (6.5) или регулируют температуру образца и ее контейнера не менее чем на 10 °C ниже первой выбранной температуры вспышки перед открытием для извлечения пробы для анализа. Если аликвоту оригинального образца необходимо сохранить до проведения испытания, проверяют, что контейнер наполнен не менее чем до 85 % его вместимости. Для обеспечения однородности образец осторожно перемешивают так, чтобы потеря летучих компонентов и лёгких фракций была минимальной.

ПРИМЕЧАНИЕ Результаты испытания температуры вспышки могут измениться, если объем образца падает ниже 85 % вместимости контейнера.

9.1.2 Образцы в жидком состоянии при температуре окружающей среды. При достаточной текучести образцы перемешивают, мягко встряхивая рукой до удаления пробы для анализа, соблюдая осторожность, чтобы потеря летучих компонентов была минимальной. Если образец слишком вязкий при температурах окружающей среды, то образец нагревают в его контейнере в нагревательной ванне или печи (6.4) до температуры не менее чем на 10 °C ниже температуры испытания, так чтобы образец можно было перемешать осторожным встряхиванием.

9.1.3 Твердые или полу твердые образцы. Если испытуемый материал не может быть достаточно текучим, чтобы его поместить в тигель через отверстие путем нагревания в соответствии с 9.1.2, то пробу для испытания переносят в тигель с помощью дозатора сухого вещества или шпателем, пока открыта крышка.

9.2 Краски, лаки и относящиеся к ним материалы

Образцы готовят в соответствии с методиками, описанными в ISO 1513.

10 Методика

10.1 Общее положение.

10.1.1 Для установки температуры испытания на требуемую температуру вспышки необходимо выполнять инструкции изготовителя.

10.1.2 При испытании метиловых эфиров жирных кислот (FAME) необходимо пользоваться детектором температуры вспышки (A.1.6).

10.1.3 Пламя должно соприкоснуться с испытуемым образцом только один раз. Для каждого испытания используют новую пробу для анализа образца. После каждого испытания выключают как дежурное пламя, так и пламя для проведения испытания с помощью газового регулирующего клапана, а когда температура тигля падает до безопасного уровня, удаляют испытанную пробу для анализа и очищают прибор.

10.1.4 Не спутайте истинную температуры вспышки с голубоватым ореолом, который иногда окружает испытательное пламя, предшествуя тому, которое вызывает реальную вспышку.

ПРИМЕЧАНИЕ На выбранный по заказу детектор вспышки (A.1.6) не действует этот ореол, и оператору не требуется пристально наблюдать за испытанием температуры вспышки.

10.1.5 Барометрическое давление окружающей среды регистрируют по барометру (6.3), расположенному рядом с прибором во время испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ Нет необходимости корректировать показания барометрического давления на 0 °С, хотя некоторые барометры имеют конструкцию, позволяющую проводить такую коррекцию автоматически.

10.2 Методика определения температур вспышки до 100 °С включительно и для метиловых эфиров жирных кислот (FAME)

10.2.1 Чистым и сухим шприцем (6.2.1), охлажденным не менее чем на 10 °С ниже предполагаемой температуры вспышки, отбирают 2 мл пробы для анализа. Немедленно закрывают контейнер с образцом после извлечения пробы, чтобы свести к минимуму потерю летучих компонентов.

10.2.2 Осторожно перемещают шприц к вводному отверстию камеры и впрыскивают порцию в тигель, до упора нажимая на шток шприца. Убирают шприц.

10.2.3 Для твердых и полутвердых образцов переносят массу, эквивалентную приблизительно 2 мл, непосредственно в тигель и распределяют ее по дну тигля как можно равномернее.

10.2.4 Включают таймер на 1 мин (A.1.3). Открывают клапан регулировки газа и поджигают дежурное пламя и пламя проведения испытания. Регулируют размер пламени до кольца диаметром 4 мм. Если имеется детектор вспышки (A.1.6), его устанавливают на ноль.

10.2.5 После получения слышимых звуковых сигналов таймера вводят пламя испытания, медленно и равномерно открывая, а потом, закрывая заслонку, в течение периода от 2 с до 3 с. Проверяют наличие вспышки (см. 10.1.4).

Если при открывании заслонки и введении пламени горелки возникает светящееся пламя, то температура вспышки значительно ниже температуры испытания. В таких случаях рекомендуется снижать температуру испытания на 10 °С.

10.2.6 При наблюдении вспышки испытание повторяют методику, приведенную с 10.2.1 до 10.2.5, используя новую пробу для анализа, начиная при температуре на 5 °С ниже температуры, при которой зарегистрирована вспышка. Если вспышка все еще продолжается при этой пониженной температуре, снижают температуру на следующие 5 °С и повторяют снова.

10.2.7 Если вспышка не наблюдается, то повторяют методику, приведенную с 10.2.1 до 10.2.5, используя новую пробу для анализа, начиная при температуре на 5 °С выше температуры, при которой была испытана последняя проба для анализа. Повторяют испытания с интервалами на 5 °С выше до появления вспышки.

10.2.8 Повторяют методику, приведенную с 10.2.1 до 10.2.5, используя новую пробу для анализа для каждого испытания с интервалами 1 °С, начиная с нижней температуры интервалов в 5 °С, установленных отдельно в 10.2.6 и 10.2.7, до регистрации вспышки. Регистрируют показания термометра при появлении вспышки с интервалами в 1 °С. Если требуется повышенная чувствительность, испытывают новую пробу для анализа при температуре на 0,5 °С ниже, чем температура, при которой наблюдалась вспышка с интервалами 1 °С. Если вспышки не наблюдалось, то температура, зарегистрированная с интервалами в 1°С, является температурой вспышки с