



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЖИРИ ТВАРИННІ І РОСЛИННІ ТА ОЛІЇ

Метод визначання температури спалаху

ДСТУ 4455:2005

Видання офіційне

БЗ № 6–2005/418

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2006

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут олій та жирів (УкрНДІОЖ) спільно з Технічним комітетом зі стандартизації «Олії, жири та продукти їх переробки» (ТК 86)

РОЗРОБНИКИ: **Г. Гаврилов** канд. техн. наук; **В. Голодняк** канд. техн. наук; **Л. Кузнецова**; **П. Петік** канд. техн. наук, **Л. Савченко**; **Л. Сімакович** (керівник розробки)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 16 вересня 2005 р. № 265 з 2006–10–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 15267:1998 «Жири тваринні і рослинні та олії. Визначення температури спалаху з використанням приладу Мартенса-Пенського із закритим тиглем» в частині 6.2.1, 6.2.2 та 6.2.7.

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 9287–59)

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2006

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	1
4 Основні положення	2
5 Методи відбирання проб	2
6 Метод визначання температури спалаху в закритому тиглі	2
6.1 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої і матеріали	2
6.2 Методика та правила проведення аналізу	2
7 Правила опрацювання результату аналізу	3
8 Правила оформлювання результату аналізу	4
Додаток А Бібліографія	4

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЖИРИ ТВАРИННІ І РОСЛИННІ ТА ОЛІЇ

Метод визначання температури спалаху

ЖИРЫ ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ И МАСЛА

Метод определения температуры вспышки

OILS AND FATS

Method determination of flashpoint

Чинний від 2006–10–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на жири тваринні і рослинні та олії і встановлює методи визначання температури спалаху для встановлювання їх небезпечності з точки зору виникнення вибуху за наявності залишку гексану або інших розчинників, які присутні.

Дозволено, у разі відсутності прямого методу вимірювань, використовувати метод для опосередкованого визначання вмісту розчинника в олії згідно з показниками, наданими у стандарті на олію.

Примітка. Згідно з ГОСТ 12.1.004 рідина є малонебезпечна, якщо температура спалаху перевищує 90 °С. Відповідно, згідно з ISO 15267 [1] та AOCS Official Method [2], ця температура становить 121 °С.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті використано посилання на такі стандарти:

ДСТУ ISO 5555–2003 Жири та олії тваринні і рослинні. Відбирання проб

ДСТУ 4349:2004 Олії. Методи відбирання проб

ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ Пожарная безопасность. Общие требования (Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 400–80 Термометры стеклянные для испытания нефтепродуктов. Технические условия. (Термометри скляні для випробовувань нафтопродуктів. Технічні умови)

ГОСТ 1820–2001 Спички. Технические условия. (Сірники. Технічні умови)

ГОСТ 4166–76 Натрий серноокислый. Технические условия. (Натрій сірчаноокислий. Технічні умови)

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано такий термін:

температура спалаху

Це температура, за якої з жирів тваринного походження та олій, які нагрівають у стандартних умовах, виділяється стільки пари, що вона у разі піднесення до відкритого полум'я, під час доступу повітря займається з коротким спалахом, утворюючи легке перебігаюче полум'я, яке відразу ж гасне.

4 ОСНОВНІ ПОЛОЖЕННЯ

Суть методу полягає у виникненні спалаху в зразку жиру або олії за визначеної температури, коли випробовувальне полум'я піднесено до зразка в умовах, що встановлені у методі випробування.

5 МЕТОДИ ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб не є частиною встановленого в цьому стандарті методу. Рекомендовано відбирати проби методами, наведеними у ДСТУ ISO 5555, ДСТУ 4349.

Проби не можна зберігати у пластмасових флаконах. Посуд з пробами повинен бути щільно закупорений. Важливо, щоб проба не була пошкоджена або змінена за час транспортування.

6 МЕТОД ВИЗНАЧАННЯ ТЕМПЕРАТУРИ СПАЛАХУ В ЗАКРИТОМУ ТИГЛІ

Метод розповсюджується на жири тваринного походження та олії.

6.1 Засоби вимірювань, допоміжні пристрої і матеріали

6.1.1 Прилад для визначання температури спалаху в закритому тиглі, який забезпечує визначання температури спалаху в інтервалі від 20 °С до 250 °С — згідно з чинною технічною документацією або ISO 2719 [3].

6.1.2 Термометри — згідно з ГОСТ 400.

ТН — 4 для діапазону від 0 до 150°С, ТН — 4 для діапазону від 100 °С до 250 °С, з ціною поділки 1°С.

6.1.3 Лабораторна центрифуга — що забезпечує 2500 об/хв за технічною документацією.

6.1.4 Пробірки для центрифуги — 120 см³ з корками.

6.1.5 Секундомір — за чинною нормативною документацією .

6.1.6 Сірники — згідно з ГОСТ 1820.

6.1.7 Сірчаноокислий натрій зневоднений — згідно з ГОСТ 4166.

6.1.8 Екранувальні щити з покрівельної сталі 450 мм × 600 мм.

Дозволено застосування інших засобів вимірювання з метрологічними характеристиками, устаткування з технічними характеристиками та реактиви кваліфікації не гіршої ніж вищезгадані.

6.2 Методика та правила проведення аналізу

Готуючи пробу, яку випробовують, забезпечують мінімальну кількість її переливань.

6.2.1 Якщо жир — тверда речовина за кімнатної температури, його повільно нагрівають до температури не більше ніж на 5 °С нижче за точку плавлення. Визначання температури спалаху починають після перевищення цієї температури.

За вмістом води в пробі олії або жиру більше ніж 0,05 %, проводять видалення води.

6.2.2 Акуратно вміщують близько 90 г жиру або олії в пробірку (6.1.4) і додають 5 г зневодненого сірчаноокислого натрію. Суміш енергійно струшують 1 хв із закритим корком і відстоюють протягом 30 хв, у разі необхідності, за підвищеної температури згідно з 6.2.1.

Центрифугують оброблену олію 2500 об/хв протягом (3 — 5) хв, поки буде одержана достатня кількість прозорої олії або жиру для визначання температури спалаху.

6.2.3 Прилад встановлюють на рівному столі в такому місці, де нема руху повітря та освітлення затемнено настільки, що спалах добре помітний. Для захисту від руху повітря прилад з трьох боків повинен бути закритий екраном.

6.2.4 Заповнюють тигель рідкою олією або жиром так, щоб верх меніска був точно на лінії заповнювання, відміченій в тиглі, не припускаючи змочування його стінок вище згаданої відмітки.

Встановлюють накривку з отвором на тигель, фіксують його положення в пристрої. Встановлюють термометр в отвір у накривці, щоб він перебував не менше ніж 43 мм і не більше ніж 46 мм нижче за край тигля, який відповідає рівню нижньої поверхні частини накривки всередині вмістища.

6.2.5 Запалюють випробовувальне полум'я і регулюють так, щоб воно мало розмір кульки близько 4 мм в діаметрі.

6.2.6 Нагрівають пробу так, щоб темп зростання температури був не менше ніж 5 °С і не більше ніж 6 °С за хвилину. Протягом нагрівання перемішувальний пристрій повинен рухатись зі швидкістю один-два оберти за секунду.

Примітка. У разі використання методу для опосередкованого визначання вмісту розчинника в олії нагрівають пробу спочатку до температури 170 °С протягом (15 – 20) хв, після чого темп нагрівання сповільнюють до зазначеного у 6.2.6.

6.2.7 За характерною температурою, яка дорівнює 121 °С, під час випробовування на небезпечність з точки зору виникнення вибуху, припиняють перемішування. Виконують випробовування на спалах, відкриваючи прилад обертом пружинного важеля, що занурює полум'я у паровий простір за 0,5 с і залишають його у нижньому положенні протягом (1 — 2) с та піднімають в вихідне положення.

За спалах вважають появу синього полум'я. Саме спалах не повинен бути переплутаний із синюватим ореолом, що іноді оточує випробовувальне полум'я.

Примітка 1. Не дозволено відкривати тигель більше одного разу протягом кожного визначання для запобігання випаровування розчинника, який присутній в такій концентрації, що може відбутися виникнення спалаху. Це призводить до неправильного результату у вимірюванні температури спалаху.

Примітка 2. Щоб одержати високоточний рівень температури спалаху, процедуру потрібно повторити за температур, відмінних від 121 °С. Для кожного температурного визначання потрібно використовувати свіжі порції проб.

6.2.8 У разі використання методу для опосередкованого визначання вмісту розчинника в олії нагрівання проби виконують згідно з приміткою до 6.2.6.

У разі досягнення олією температури, що на 30 °С нижче передбачуваної температури спалаху, нагрівання ведуть так, щоб температура випробовуваної олії підвищувалася зі швидкістю 2 °С на хвилину.

За температури на 10 °С нижче очікуваної температури починають проводити випробовування на спалах, відкриваючи прилад поворотом пружинного важеля точно через хвилину (за секундоміром), тобто через кожні 2 °С. Перед випробовуванням припиняють перемішування і виконують вимірювання, відкриваючи прилад обертом пружинного важеля, який опускає полум'я. Полум'я опускають у паровий простір за 0,5 с та залишають у нижньому положенні (2 — 3) с після чого піднімають у вихідне положення. Випробовування на спалах можна також провести за допомогою заздалегідь запаленого сірника, опускаючи його полум'я в паровий простір.

Якщо спалах не стався, олію знову перемішують і повторюють випробовування через одну хвилину.

За температуру спалаху вважають покази термометра у момент чіткої появи першого полум'я над поверхнею олії у тиглі.

Після отримання першого спалаху випробовування продовжують, повторюючи запалювання через хвилину. Якщо у цьому разі спалаху не станеться, всі випробовування повторюють. Якщо під час нового випробовування температура спалаху, яка була отримана під час першого визначання, повториться, а повторного спалаху через 2 °С також не станеться, випробовування вважають закінченим і за температуру спалаху беруть покази термометра в момент першої появи синього полум'я над поверхнею випробовуваної олії. Випробовування виконують паралельно з двома пробами.

Якщо випробовуванню піддають олію, температура спалаху якої невідома, проводять попереднє визначання температури спалаху. Після встановлювання наближеної температури спалаху проводять повторне визначання згідно з порядком, вказаним у 6.2.4 — 6.2.8.

6.2.9 Після випробовування олію з тигля зливають, тигель і накривку промивають водою з будь-яким мийним засобом і ретельно висушують.

7 ПРАВИЛА ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТУ АНАЛІЗУ

За результат випробовування беруть покази термометра для двох паралельних визначань зі свіжими порціями олії, що відрізняються одне від одного не більше ніж на 3 °С.

У разі більшого розходження між двома паралельними випробовуваннями роблять третє випробовування зі свіжою порцією олії.

За кінцевий результат беруть середнє арифметичне з двох визначань, що відрізняються один від одного не більше ніж на 3 °С.

8 ПРАВИЛА ОФОРМЛЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТУ АНАЛІЗУ

8.1 У протоколі випробовування відзначають:

- «спалахне» чи «не спалахне» за характерної температури;
- метод випробовування;
- прилад, що застосовано.

Якщо було отримано різні результати, то ігнорують результат «не спалахне».

Необхідно також вказати ті умови дослідження, які не наведені у даному стандарті, але які могли вплинути на результат.

8.2 У протоколі випробовування на опосередковане визначання вмісту розчинника в олії повинно бути вказано:

- температура, за якої виник спалах;
- метод випробовування;
- прилад, що застосовано.

Необхідно також вказати ті умови дослідження, які не наведені у даному стандарті, але які могли б вплинути на результат.

ДОДАТОК А
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 ISO 15267:1998 Animal and vegetable fats and oils — Flashpoint limit test using Pensky — Martens closed cup flash tester (Жири тваринні і рослинні та олії. Визначання температури спалаху з використанням приладу Мартенса-Пенського із закритим тиглем) First edition 1998-07-15.

2 AOCS Official Method Cc 9c — 95 Determination of the Flashpoint by Pensky-Martens Closed Cup Flash Tester (Визначання температури спалаху приладом Мартенса-Пенського у закритому тиглі) revised 1996.

3 ISO 2719:2002 Determination of flash point — Pensky-Martens closed cup method. (Визначання температури спалаху. Метод Мартенса-Пенського у закритому тиглі) Third edition 2002-11-15.

УКНД 67.200.10

Ключові слова: жири, олії, температура спалаху, закритий тигель.

Редактор **С. Ковалець**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **Т. Нагорна**
Верстальник **Р. Дученко**

Підписано до друку 10.10.2006 Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Відділ редагування нормативних документів ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2