

ПЕРВЫЕ НАФТОМЕТРЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ ЖИДКОСТЕЙ. 2. ПОЛУЗАКРЫТЫЙ ТИГЕЛЬ

С. Г. Алексеев, В. В. Смирнов, Н. М. Барбин

СЕРГЕЙ ГЕННАДЬЕВИЧ АЛЕКСЕЕВ – кандидат химических наук, доцент, научный консультант автономной некоммерческой организации «Уральский научно-исследовательский институт Всероссийского добровольного пожарного общества», E-mail: 3608113@mail.ru.

ВИТАЛИЙ ВЛАДИМИРОВИЧ СМИРНОВ – старший преподаватель кафедры пожарной безопасности в строительстве Уральского института государственной противопожарной службы МЧС России.

НИКОЛАЙ МИХАЙЛОВИЧ БАРБИН – доктор технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник научно-исследовательского отдела Уральского института государственной противопожарной службы МЧС России, директор научно-исследовательского института физических и химических проблем и техноосферной безопасности Уральского государственного аграрного университета.

620062, Свердловская область, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 22. Уральский институт ГПС МЧС России.

620049, Свердловская область, г. Екатеринбург, ул. Студенческая 54А. Научно-инженерный центр «Надежность и ресурс больших систем и машин» УрО РАН.

620075, Свердловская область, г. Екатеринбург, ул. Карла Либкнехта, д. 42. Уральский государственный аграрный университет.

Американская нефтяная революция 1859 года и изобретение керосиновой лампы способствовали наступлению керосиновой эры, когда свечное освещение было заменено керосиновым. Побочным эффектом этого явился рост пожаров и взрывов из-за применения небезопасного керосина. В связи с этим возникла потребность в разработке критериев безопасного керосина. Такими показателями выступили температура вспышки и воспламенения. Первый этап создания приборов для определения этих показателей начался в 1862 году и закончился в начале 20-го столетия. Он характеризуется разработкой аппаратов различных конструкций, одной из которых являются тестеры типа «полузакрытый тигель». В статье рассматриваются первые нефтометры (Смита–Джонса, Пэрриша, Биля, Гранье, Тальябу, Эллиота, Висконсина, Фостера, Люшара, Миллспу, Скалвейта, Парриша–Энглера, Энглера, Хеуманна и Лейбольда, Брауна, Манна, Сэйболта и Эренберга). Эти аппараты не дожили до наших дней и незаслуженно забыты.

Ключевые слова: керосин, нефтепродукт, температура вспышки, температура воспламенения, нефтометр, аппарат, прибор, тестер, пирометр.

FIRST NAPHTOMETERS FOR DETERMINATION OF FLASH POINT OF LIQUIDS. 2. SEMICLOSED CUP DEVICES

S. G. Alexeev^{1,2,*}, V. V. Smirnov², N. M. Barbin^{2,3}

¹Science and Engineering Centre “Reliability and Safety of Large Systems and Machines” of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, Russia.

²Ural Institute of State Fire Service of EMERCOM of Russia, Yekaterinburg, Russia.

³Institute of Physical and Chemical Problems and Technosphere Safety of Ural State Agrarian University.

The American oil revolution of 1859 and the invention of a kerosene lamp contributed to the onset of the kerosene era when candle lighting was replaced by kerosene. The side effect of this was the growth of fires and explosions due to the use of unsafe kerosene. There was a need to develop criteria for safe kerosene. The fire (burning) and flash point of kerosene were chosen as such indicators. The first stage of creating instruments to determine these indicators began in 1862 and ended at the beginning of the 20th century. This stage is characterized by the development of apparatuses of various designs, one of which were «open cup» testers. The first naphthometers (Smith–Jones, Parrish, Billa, Granier, Tagliabue, Elliott, Wisconsin, Foster, Luchaire, Millspaugh, Skalweit, Parrish–Engler, Engler, Heumann Leybold, Braun, Mann, Saybolt and Ehrenberg) are considered in the article. These devices have not survived to our day and are undeservedly forgotten.

Keywords: kerosene, oil product, flash point, fire point, naphthometer, apparatus, device, tester, pyrometer.

В первой нашей части [1] отмечалось, что американская нефтяная революция 1859 года и изобретение керосиновой лампы в 1853 году способствовали наступлению керосиновой эры, характеризующейся массовым применением керосиновых приборов. Побочным эффектом данного события явился рост пожаров и взрывов из-за несовершенства керосиновых ламп, керогазов и использования небезопасного керосина. В связи с этим возникла потребность в разработке критериев безопасного керосина и приборов для их экспериментального определения. Такими показателями выступили его температура вспышки и воспламенения. В 1862 году стартовал первый этап создания тестеров¹ для определения этих характеристик безопасного керосина. Он продолжался до начала 20-го столетия и характеризовался широким многообразием конструкций. Ранее были рассмотрены нафтометры, относящиеся к классу (типу) «открытый тигель» [1]. Объектом исследования настоящей работы является следующий класс – приборы полужакрытого типа.

Специалисты в областях химической технологии, пожарной и промышленной безопасности и охраны труда хорошо знают и различают приборы для определения температуры вспышки типа открытый и закрытый тигель, и вопрос – чем эти аппараты отличаются друг от друга, обычно дают простой ответ: один без крышки, а другой с крышкой. Однако ответ относительного тестера закрытого типа (с крышкой) является не совсем точным, поскольку под эту характеристику также попадают полужакрытые нафтометры и закрытые паровые приборы. В связи с этим возникает потребность в определениях, указывающих какой тип того или иного нафтометра. К закрытому типу относятся приборы, в которых в момент теста на вспышку источник зажигания (запальное пламя, электроподжиг и др.) вносится под крышку в паровоздушное пространство тигля. В полужакрытый тип попадают аппараты, у которых источник зажигания располагается в крышке или выше её уровня. При этом в приборе имеется, по крайней мере, одно постоянно открытое отверстие с фитилем или без него, через которое выходят пары горючей жидкости. При концентрации близкой к нижнему концентрационному пределу воспламенения (распространения пламени) они вспыхивают при контакте с источником зажигания. К закрытым

¹ В 1860–1920-е гг. термины: нафтометр, прибор, аппарат, пирометр и тестер для определения температуры вспышки (воспламенения) рассматривались, как синонимы. Этот подход сохранен в настоящей работе.

паровым приборам относятся тестеры с крышкой, в которой может располагаться устройство для сброса избыточного давления, с источником зажигания под крышкой или без него.

В настоящее время класс полужакрытых аппаратов фактически неизвестен и в современной литературе о нем не практически упоминается. Исключение составляет только руководство американской международной организации ASTM International (American Society for Testing and Materials), в которой кратко сообщается, что ранее существовали полужакрытые тестеры Эллиота (Elliott), Фостера (Foster), Гранье (Granier), Парриша (Parrish), Парриша-Энглера (Parrish-Engler), Тальябу (Tagliabue) и штата Висконсин (Wisconsin) [2].

По устройству полужакрытые нефтометры можно рассматривать как дальнейшее развитие тестеров с открытым тиглем, но при этом необходимо отметить, что первые образцы аппаратов полужакрытого типа появились практически одновременно с открытыми тестерами в 1862 году.

По способу нагрева испытуемой жидкости полужакрытые нефтометры можно разделить на следующие подклассы: А – тестеры с водяной подушкой; Б – аппараты с водяной баней; В – нефтометры с воздушной баней; Г – «ламповые» аппараты, моделирующие взрыв керосиновой лампы и Д – комбинация полужакрытого и парового типов. По способу запала – на «автоматические» (аппараты Смита-Джонса, Пэрриша, Пэрриша-Энглера, Биля, Гранье, Фостера, Скалвейта), имеющие собственный источник зажигания в виде фитиль-трубки и тестеры с внешним источником зажига-

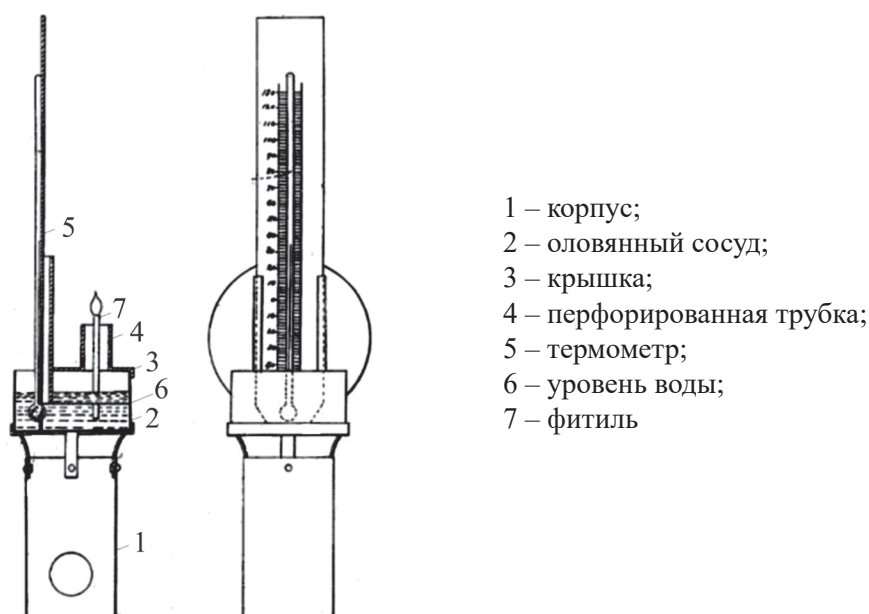
ния (приборы Тальябу, Эллиота, Люшара, Милспу, Висконсина, Энглера, Хеумана, Лейбольда, Манна). Следует отметить, что приборы с фитиль-трубкой явились прообразом современных автоматических приборов.

Подкласс А – аппараты с водяной подушкой

Прибор Смита-Джонса и его аналоги

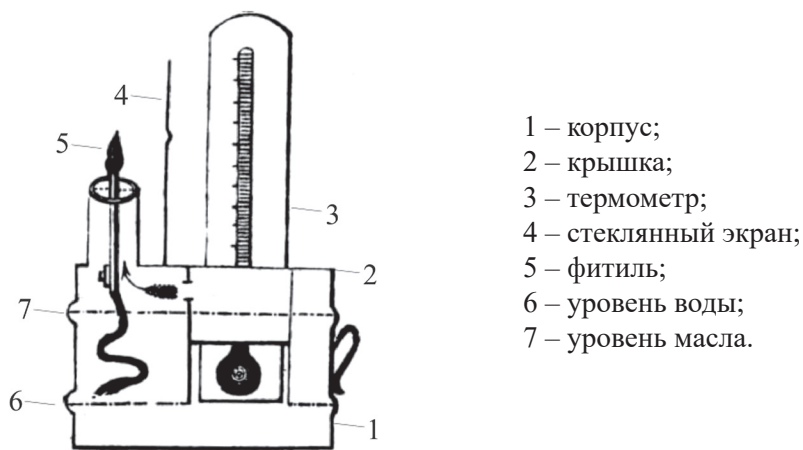
Одним из первых приборов для определения температуры вспышки, появившихся в США, стал тестер Хорейса Смита (Horace J. Smith) и Вудруфа Джонса (Woodruff Jones), запатентованный ими в 6 мая 1862 года [3]. Аппарат Смита и Джонса (рис. 1) представляет собой оловянный сосуд 2, частично покрытый крышкой 3, из которой выступает перфорированная трубка 4 и термометр 5. Сосуд наполняется водой до отметки 6. Термометр крепится таким образом, чтобы его ртутный шарик не касался стенок тигля и крышки и находился в водном слое. Затем на водяную подушку добавляется проба керосина, после чего внутрь перфорированной трубки устанавливается фитиль 7. Нагрев осуществляется с помощью спиртовой горелки. Когда масло в сосуде нагревается, его горючие пары поднимаются вверх, и в перфорированной трубке они смешиваются с воздухом и образуют взрывчатую (горючую) смесь, которая под действием пламени, вызывает вспышку и, в большинстве случаев, происходит гашение пламени запального фитиля.

Возможно, тестер Смита-Джонса и остался бы не замеченным, если в сентябре 1862 года



- 1 – корпус;
- 2 – оловянный сосуд;
- 3 – крышка;
- 4 – перфорированная трубка;
- 5 – термометр;
- 6 – уровень воды;
- 7 – фитиль

Рис. 1. Аппарат Смита и Джонса [3]



- 1 – корпус;
- 2 – крышка;
- 3 – термометр;
- 4 – стеклянный экран;
- 5 – фитиль;
- 6 – уровень воды;
- 7 – уровень масла.

Рис. 2. Аппарат Пэрриша [4, 5]

на 10-й ежегодной конференции Американской фармацевтической ассоциации Эдвард Пэрриш (Edward Parrish) не предложил бы свою модификацию этого прибора. Аппарат Пэрриша (Parrish), приведенный на рисунке 2, имеет следующие отличия:

1. испытуемое масло наливается на воду более толстым слоем;
2. колба ртутного термометра располагается в слое горючей жидкости, а не в воде;
3. термометр защищен от воздействия пламени запальной горелки стеклянным экраном [4–7].

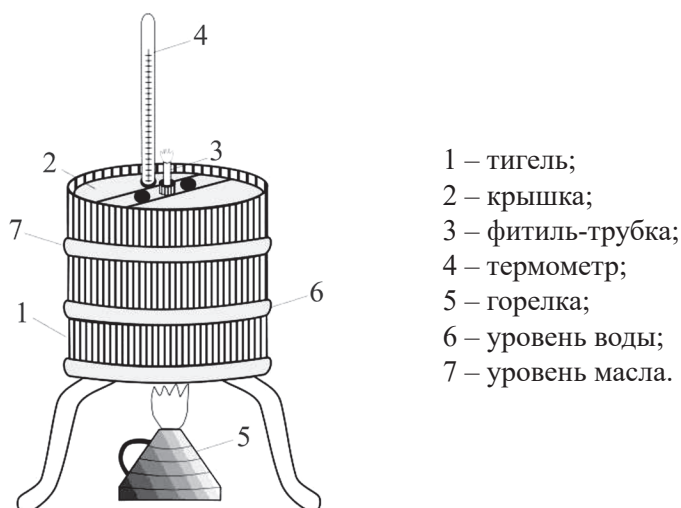
Нафтометр Биля

Тестер Биля (Villa) [8] представляет собой жестяной резервуар с крышкой с четырьмя отверстиями, в одно из которых вставлялась фитиль-трубка, во второе – термометр (рис. 3).

Для испытания осветительного масла резервуар наполнялся водой до нижней отметки, сверху вливался керосин до верхнего кольца. Нагрев осуществлялся с помощью спиртовой горелки, при этом скорость нагрева не должна была превышать 2 град./мин. Когда температура керосина достигала температуры вспышки, происходило воспламенение паров и затухание фитиль-трубки.

Тестер Гранье

Во второй половине XIX столетия тестер Гранье (Granier) официально использовался во Франции [9, 10]. Принцип действия и устройство прибора схожи с аппаратом Милокау (Millochau), рассмотренного в первой части [1] серии статей по первым нафтометрам. Разница заключается только в наличии крышки в тестере Гранье.



- 1 – тигель;
- 2 – крышка;
- 3 – фитиль-трубка;
- 4 – термометр;
- 5 – горелка;
- 6 – уровень воды;
- 7 – уровень масла.

Рис. 3. Тестер Биля [8]

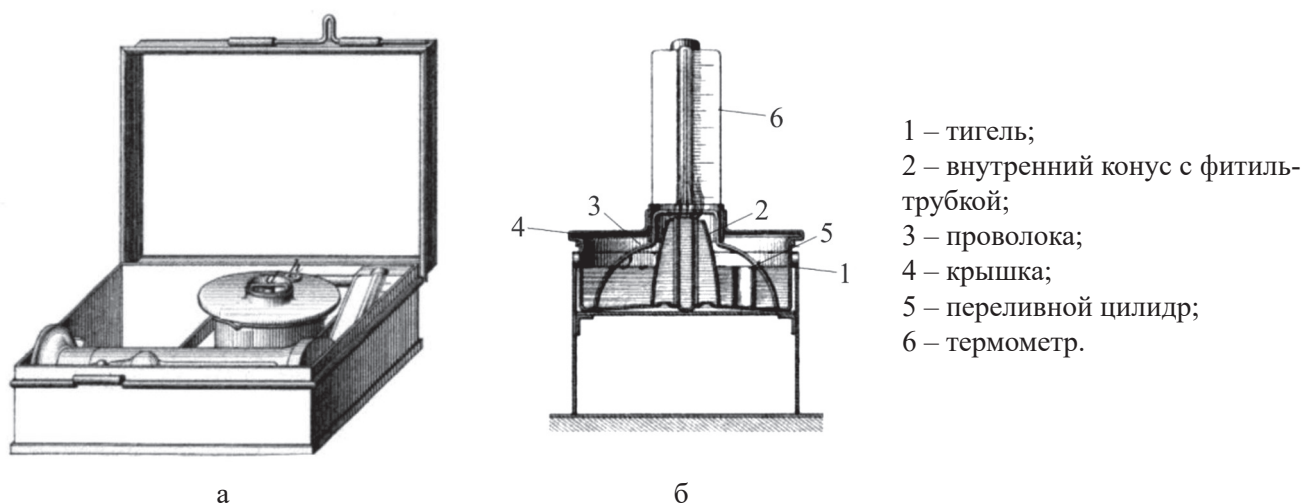


Рис. 4. Тестер Гранье:

а – общий вид в футляре для транспортировки в комплекте с ареометром; б – разрез [9, 10]

Тестер, приведенный на рисунке 4, состоит из небольшого медного тигля, разделенного на две части, внутренняя часть представляет собой усеченный конус. В отверстие в вершине конуса вертикально вставлена фитиль-трубка. Во внешней части имеется небольшой цилиндр для перелива излишка испытуемой жидкости. Над фитиль-трубкой установлена медная проволока, концы которой опущены в тигель для подогрева испытуемой жидкости. Тигель закрывается медной крышкой с отверстием в центре.

Для определения температуры вспышки масло заливается в центральный конус, окружающий фитиль, до уровня переливного цилиндра. После установки крышки тигля зажигается фитиль. Нагрев испытуемой жидкости осуществляется посредством проволоки, размещенной над пламенем. При воспламенении паров вспышка гасит фитиль. Для определения плотности жидкости к тестеру прилагается ареометр.

Подкласс Б – аппараты с водяной баней

Нафтометр Джузеппе Тальябу и его модификации

В предыдущей части уже отмечалось, что в 1862 году Джузеппе Тальябу (Giuseppe Tagliabue) запатентовал полузакрытый пирометр для тестирования нефтепродуктов (рис. 5а) [9–13].

Аппарат Тальябу выполнен из латуни и представляет собой корпус 1, в который устанавливалась водяная баня 2. Металлический тигель 3 имеет крышку 4 с колпачком 5 для внесения запального фитиля. Крышка оснащена двумя закрывающимися отверстиями 7 для доступа воздуха и выхода

продуктов сгорания. Температура вспышки фиксировалась по показаниям термометра 6.

При испытании на температуру вспышки крышка аппарата должна быть закрыта, а отверстия 7 открыты. Испытуемое масло нагревалось на водяной бане до температуры 100 °F с помощью спиртовой горелки и в отверстие в колпачке 5 вносился зажженный бумажный фитиль.

В старой технической литературе [13–16] иногда встречается трактование пирометра Тальябу, как аппарата закрытого типа без каких-либо пояснений. В данном случае речь идет о поздних модификациях прибора, в которых в крышке прибора имелась специальная ручка для механического открывания отверстий перед тестом на вспышку (рис. 5б) [12]. В принципе новая модификация аппарата Тальябу могла использоваться как закрытый тестер (открывание заслонок осуществляют только в момент теста на вспышку), так и полузакрытый аппарат (при открытых заслонках) и открытый тестер (при удалении крышки прибора)

В дальнейшем нафтометр Джузеппе Тальябу был модернизирован доктором Артуром Эллиотом (Arthur H. Elliott). Модернизированный тестер (рис. 6), известный под названием «Тестер совета по здравоохранению штата Нью-Йорк», также применялся в США в штатах Нью-Джерси (New Jersey), Айова (Iowa) и Мичиган (Michigan) [9, 18–20].

Тестер Эллиота имел медный тигель объемом 296 мл. В верхней части тигля было предусмотрено расширение – паровая или взрывная камера. Тигель закрывался стеклянной крышкой, имеющей два отверстия – одно для установки термометра, второе – для внесения пламени.

В качестве запала применялась газовая горелка с пламенем длиной в четверть дюйма. Для нагрева

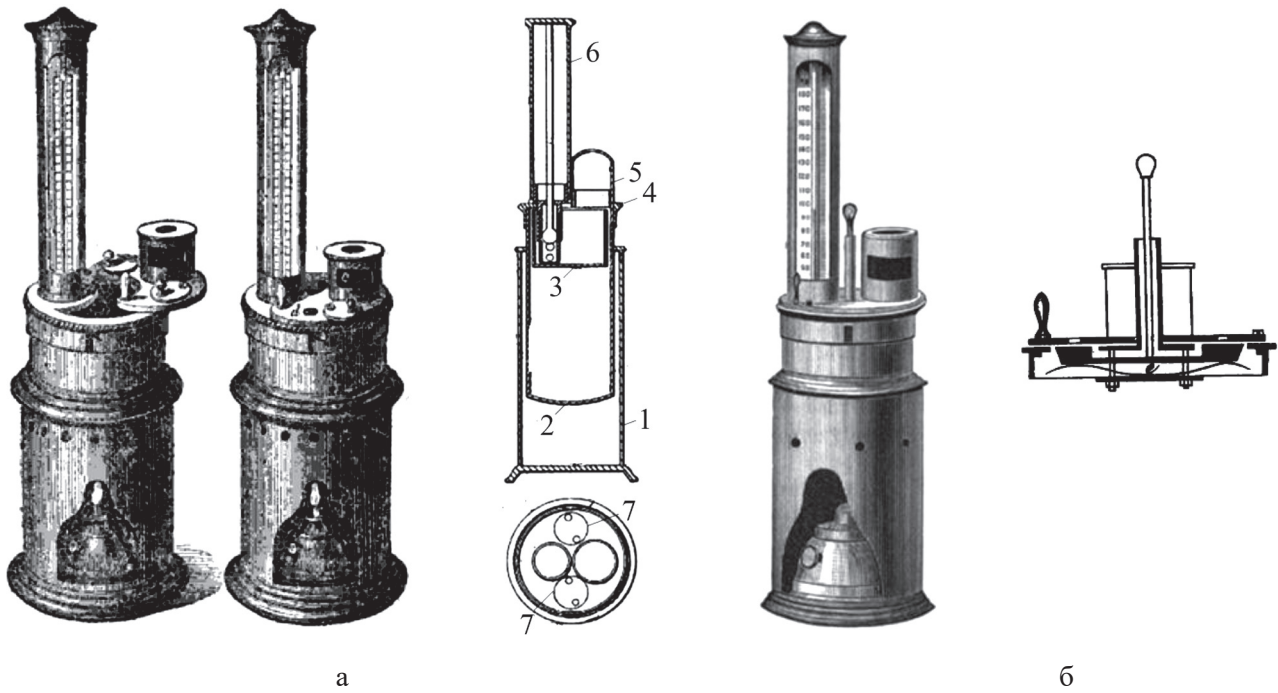


Рис. 5. Старая (а) и новая (б) модели тестера Джузеппе Тальябу [9, 11, 12, 17]

1 – корпус; 2 – водяная баня; 3 – металлический тигель; 4 – крышка; 5 – колпачок для внесения пламени; 6 – термометр; 7 – отверстия в крышке

водяной бани допускалось использовать спиртовую лампу или горелку Бунзена, лампа должна быть отрегулирована так, чтобы скорость нагрева испытуемой жидкости составляла 2 °F/мин.

Испытание начинается, когда температура горячей жидкости достигнет 85 °F. При отсутствии вспышки поднос запального пламени повторяет-

ся через каждые 2 °F, пока температура жидкости не достигнет 95 °F, после этого нагревательная лампа удаляется, а нагрев образца жидкости продолжается за счет тепловой инерции водяной бани. По достижении 100 °F, лампа возвращается на место, и испытание на вспышку повторяют через каждые 2 °F до вспышки паров.

Прибор, официально закрепленный в штате Висконсин (Wisconsin) США во второй половине XIX столетия, также является модификацией нефтометра Джузеппе Тальябу. Тестер, приведенный на рисунке 7, состоит из водяной бани и глубокого цилиндрического медного тигля, покрытого медной крышкой с отверстием для внесения запального фитиля [9, 10, 12].

Для нагрева водяной бани предусмотрена спиртовая лампа, в качестве запального фитиля использовалась тонкая вошенная нить.

Тестер Фостера

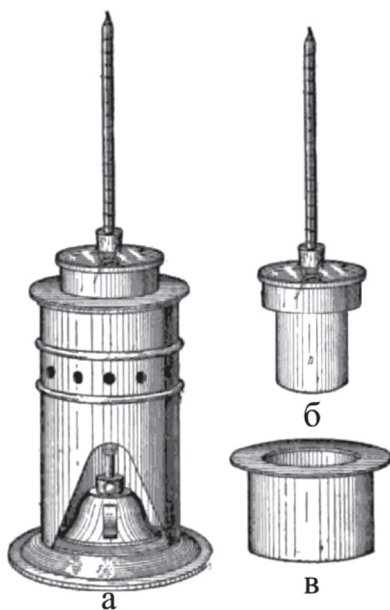
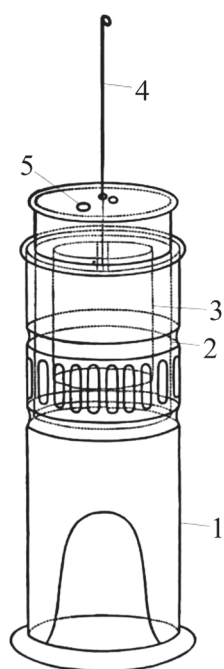


Рис. 6. Тестер Эллиота:

а – общий вид; б – тигель; в – водяная баня [9, 18]

Тестер Фостера (Foster) применялся в штате Огайо, США. Принцип действия данного тестера аналогичен аппаратам Смита-Джонса и Пэриша [9, 12, 21].

Прибор Фостера (рис. 8) состоит из медного корпуса, в который помещены медная водяная баня и медный тигель. Тигель имеет крышку с двумя отверстиями: одно для установки термометра,



- 1 – корпус;
- 2 – водяная баня;
- 3 – тигель;
- 4 – термометр;
- 5 – окно для внесения запала

Рис. 7. Аппарат штата Висконсин [12]

второе – для фитильной трубки. Фитильная трубка окружена колпачком для предотвращения рассеивания паров. Пары горючей жидкости, смешиваясь с воздухом в тигле, поднимаются к пламени фитиля и воспламеняются. Вспышка, как правило, вызывает гашение пламени.

При использовании тестера Фостера был выявлен очень важный недостаток определения температуры вспышки. Более низкое значение температуры вспышки жидкости наблюдается при использовании не фитиль-трубки, а обыкновенной газовой запальной горелки размером пламени в четверть дюйма. Это было подтверждено почти во всех экспериментах. Объяснить это можно тем, что в результате горения пламени фитиль-трубки возникает приток воздуха над поверхностью испытуемой жидкости, и требуется больше времени для образования горючей концентрации, необходимой для вспышки [12].

Аналогичный по принципу действия прибор, который получил название «Phlog-elaiο-mètre», использовался в качестве официального контролера качества керосина в городе Марселе в период с конца 19-го до начала 20-го столетий [9, 22].

Аппарат Люшара

Аппарат Люшара (Luchaire) [9] отличался универсальностью и был предназначен для определения температуры вспышки, как керосина, так и минеральных смазочных масел (до 350 °С). При испытании керосина для нагрева использовалась во-

дяная баня, при испытании смазочных масел вместо воды применялось рапсовое масло. Тигель с испытуемой жидкостью снабжен металлической крышкой с термометром, короткой трубкой и двумя отверстиями для доступа воздуха. Для нагрева испытуемой жидкости применяется газовая горелка. Скорость нагрева жидкости должна составлять 3 °С/мин. Над короткой трубкой в крышке тигля располагается лампа с горизонтальной фитильной трубкой. Когда жидкость нагревается до температуры вспышки, пары, выходящие через трубку, воспламеняются.

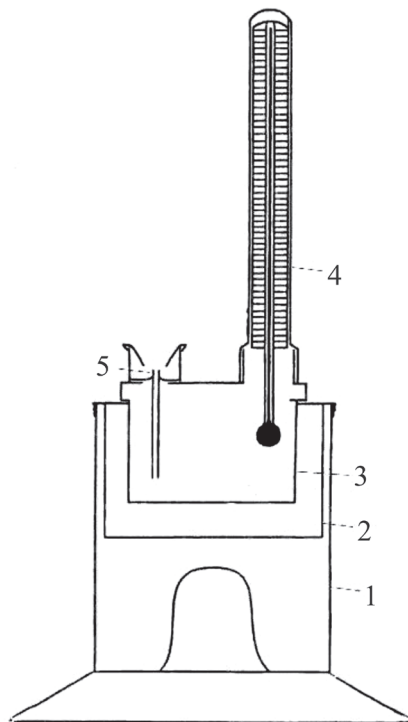
Тестер Миллспу

Тестер Миллспу (Millsbaugh) представляет собой прибор оригинальной конструкции, в котором стеклянный тигель, содержащий испытуемое масло, погружен в водяную баню только на одну десятую своего объема [9, 12, 23]. Тестер (рис. 9) спроектирован таким образом, чтобы максимально предотвратить перегрев поверхности испытуемой горючей жидкости.

Водяная баня представляет собой цилиндрический латунный сосуд, нагреваемый спиртовкой. Стеклянный тигель имеет свободно надежную крышку с двумя закрывающимися отверстиями. Одно из этих отверстий располагается непосредственно на крышке, а другое возвышается над крышкой на трубке длиной половина дюйма. Термометр, прикрепленный к крышке, погружен в масло. Для испытания на температуру вспышки



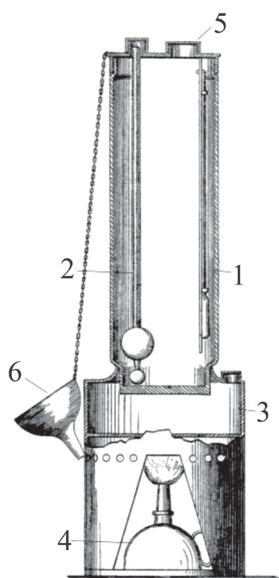
а



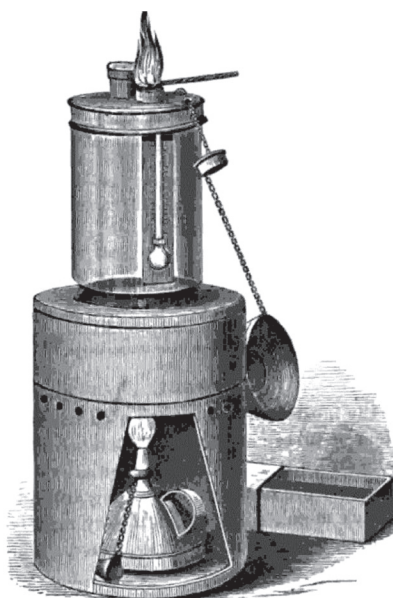
б

- 1 – корпус;
- 2 – водяная баня;
- 3 – тигель;
- 4 – термометр;
- 5 – фитиль.

Рис. 8. Аппарат Фостера:
а – общий вид; б – разрез [9, 12, 21]



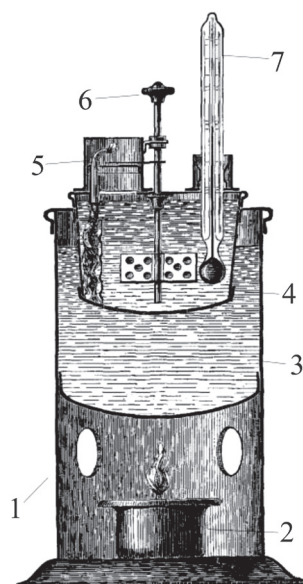
а



б

- 1 – тигель;
- 2 – термометр;
- 3 – водяная баня;
- 4 – нагревательная горелка;
- 5 – трубка для внесения запала;
- 6 – воронка для заполнения тигля.

Рис. 9. Аппарат Милспу:
а – разрез; б – общий вид [9, 12, 23]



- 1 – корпус;
- 2 – нагревательная лампа;
- 3 – водяная баня;
- 4 – тигель;
- 5 – запальная горелка;
- 6 – мешалка;
- 7 – термометр

Рис. 10. Тестер Скалвейта [24]

зажженный фитиль подносится к отверстию, расположенному непосредственно на крышке тигля.

Достоинствами данного аппарата являются большой объем горючей жидкости и довольно медленный ее нагрев. К недостаткам можно отнести рассеивание горючих паров вследствие малого объема свободного пространства под крышкой тигля и неплотности ее прилегания. Также важным недостатком этого прибора является трудность в считывании показаний погруженного в керосин термометра.

Аппарат Скалвейта

Полузакрытый тестер Дж. Скалвейта (J. Skalweit) (рис. 10), появившийся в Германии, имел металлический тигель объемом 120 мл и водяную баню объемом 300 мл [24]. Разогрев водяной бани осуществлялся спиртовой или газовой горелкой.

Принцип действия данного аппарата аналогичен тестеру Смита и Джонса, с одним лишь отличием – прибор Скалвейта имеет мешалку с ручным приводом для периодического перемешивания испытуемой жидкости.

Аппараты Пэрриша с водяной баней и Пэрриша-Энглера

Следующей модернизацией тестера Пэрриша (рис. 2) стало добавление тигля и водяной бани. Новый аппарат Пэрриша (рис. 11) использовался в качестве официального прибора для проверки качества керосина и определения температуры вспышки горючих жидкостей в Голландии [6, 7, 9].

В дальнейшем данный аппарат был модифицирован в Германии Энглером (Engler) и Хаасом (Haas) для экспериментов с различными условиями нагрева испытуемой жидкости [9]. Немецкими исследователями, по аналогии с закрытым прибором Абеля [9, 20], была дополнительно установлена воздушная баня между тиглем и водяной баней.

Приборы Хеуманна и Лейбольда

Аппарат Хеуманна (Heumann) [9] является модификацией парового прибора С. Энглера. Приведенный на рисунке 12а тестер также имеет водяную баню, но при этом мешалка помимо испытуемой жидкости перемешивает пары, а электрический запал заменен на газовую запальную горелку. Аппарат Лейбольда (Leybold) (рисунок 126) [25] аналогичен прибору Хеуманна.

Подкласс В – нефтометры с воздушной баней

Аппарат Брауна

14 марта 1882 года немецким исследователем О. Брауном (O. Braun) предложена модификация закрытого прибора Абеля (Abel)². В новой модели, по мнению изобретателя, были устранены недостатки английского прототипа, связанные с одновременным слежением за метрономом и показаниями термометра, а также открыванием заслонки тигля для ввода запального пламени и одновременным использо-

² Нефтометры закрытого типа будут рассмотрены в 3-ей части нашей серии.

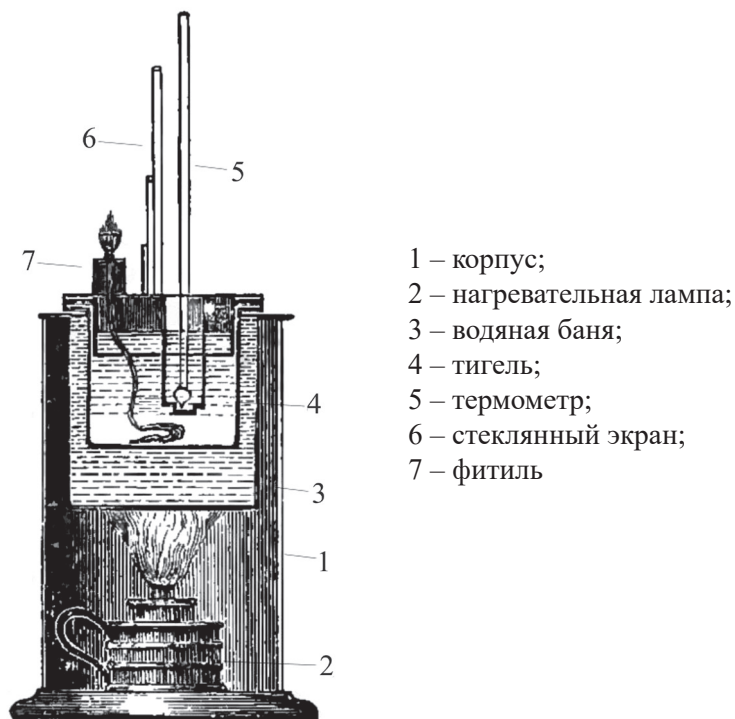


Рис. 11. Аппарат Пэрриша с водяной баней [7, 9]

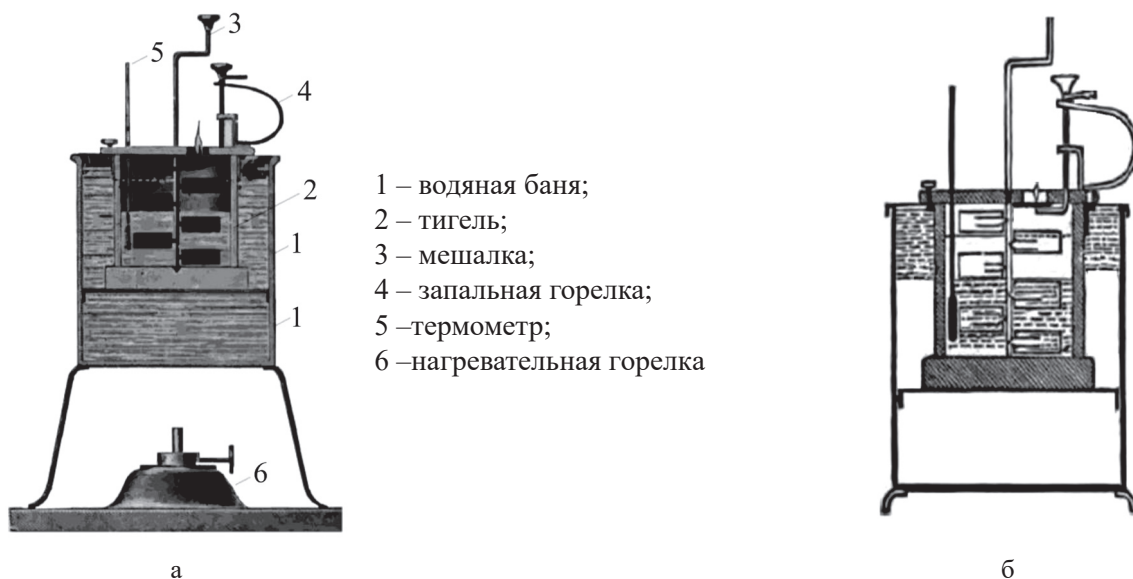


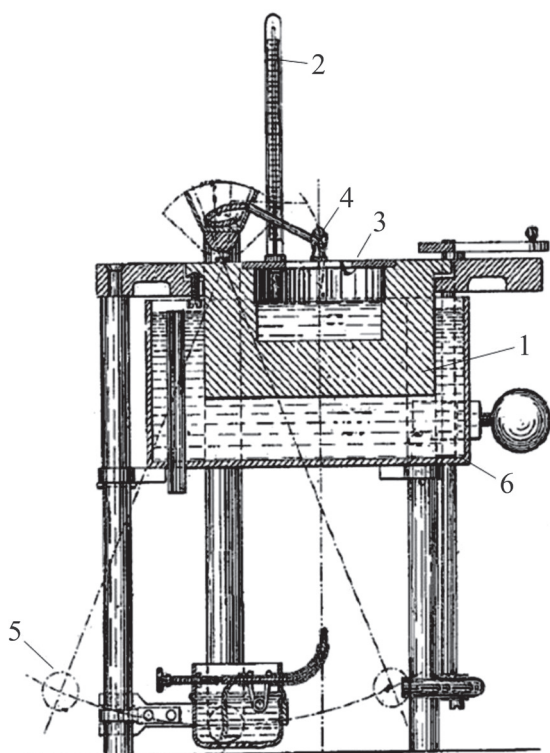
Рис. 12. Аппараты Хеуманна (а) и Лейбольда (б) [9, 25]

ванием водяной и воздушных бань. Равномерность нагрева обеспечивалось использованием толсто-стенного тигля. Дополнительно им была предложена конструкция механического движения внешнего источника зажигания вдоль крышки тигля с использованием маятника. Выход горючих паров исследуемой жидкости осуществлялся через сквозное небольшое отверстие в крышке. Размер этого отверстия также был эталоном для размера запального

пламени (рис. 13). На рисунке 13 показана водяная баня, которая использовалось только для охлаждения тигля [26, 27].

Прибор Варрена

Электрический нафтометр Г.Н. Варрена (H.N. Warren) представляет собой цилиндр 1 из меди или луженого листового железа, который исполь-



- 1 – металлический тигель;
- 2 – термометр;
- 3 – отверстие для выхода паров;
- 4 – запал;
- 5 – маятник системы зажигания;
- 6 – водяная баня (для охлаждения тигля)

Рис. 13. Аппарат Брауна [26, 27]

зуются как водяная баня (рис. 14). В верхней части имеется три отверстия, которые используются для заправки цилиндра 1 л воды и установки термометра 2, паропроводной трубки 3, и тигля типа пробирки 4 с двумя вплавленными электродами 5. Тигель заполняется 20–25 мл керосина или другого осветительного масла. Дополнительно в тигель вставляется изогнутая стеклянная трубка 6. Нагрев осуществляется горелкой. Тест на вспышку осуществляется пропусканием электрической искры. Большой объем обеспечивает плавный медленный нагрев, а небольшой объем тигля с исследуемой жидкостью позволяет пренебречь тепловыми потерями за счет теплопроводности через его стенку и считать температуру тестируемого вещества равной температуре водяной бани [28].

Подкласс Г – «ламповые» аппараты

Тестер Манна

Параллельно с исследованиями пожарной опасности осветительных масел во второй половине XIX века велись поиски конструкций наиболее безопасных керосиновых приборов. В тестере Манна (Mann), приведенном на рисунке 15 сделана попытка воспроизвести условия, возникающие в керосиновой лампе [9, 10, 12, 29, 30].

Фактически, тестер Манна (Mann) представляет собой металлическую лампу, в которой держа-

тель фитиля заменен на трубу 3, закрытую сверху резиновой пробкой. Отверстие 4 предназначено для введения небольшого запального пламени. Термометр 5 помещается в металлический чехол (трубка запаянная с одного конца). В верхней части корпуса 1 имеются отверстия, служащие для отвода продуктов сгорания нагревательной лампы (спиртовка) 2, с помощью которой осуществляется нагрев горючей жидкости. При введении запала через боковое отверстие и вспышке паров керосина резиновая пробка вылетает под действием избыточного давления продуктов сгорания воспламеняющихся паров.

К недостаткам тестера Манна можно отнести практическую невозможность регулировки степени закупоривания трубы 3 резиновой пробкой. Нередко в процессе воспламенения паров резиновая пробка остается на месте, а выброс пламени происходит через боковое отверстие 4. Кроме того, использование металлического чехла для термометра 5 без специальной градуировки занижает реальное значение температуры испытуемой жидкости [12].

Подкласс Г – комбинации полузакрытого и парового типов

Нафтометр Сэйболта

В 1881 году Джордж Сэйболт (George M. Saybolt) на основе своего прибора открытого типа



Рис. 14. Прибор Варрена [28]

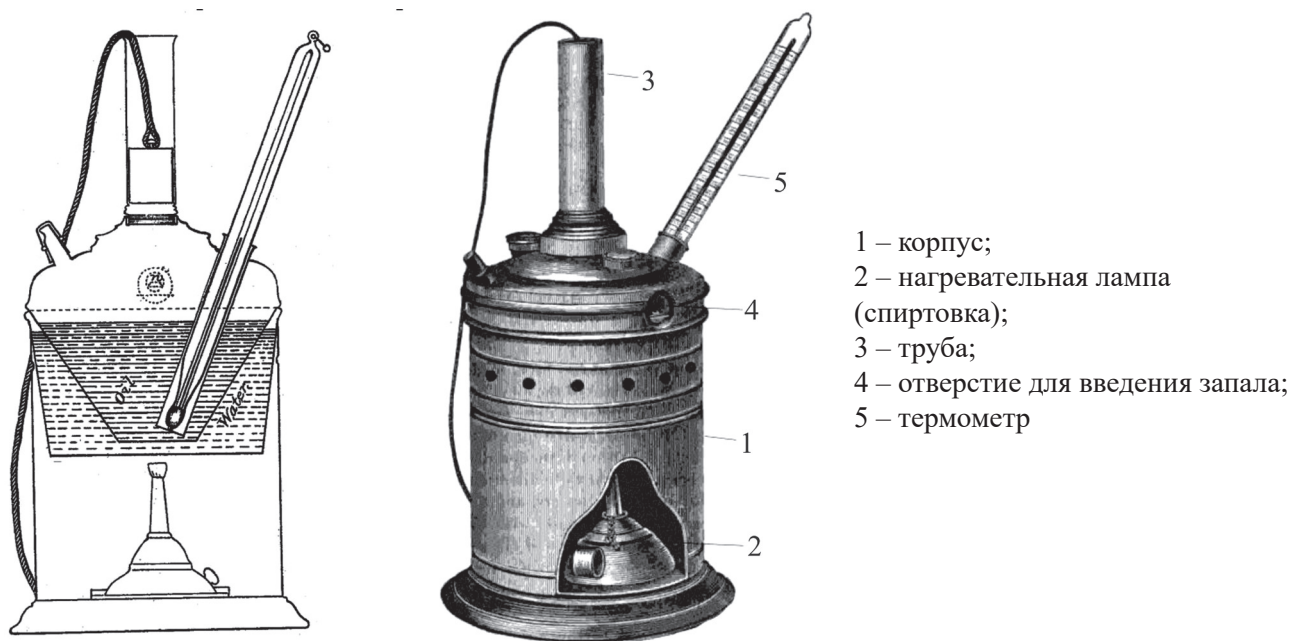


Рис. 15. Тестер Манна [9, 10, 12, 29, 30]

[1, 31] предложил новые конструкции тестера для определения температуры вспышки (рис. 16) [32]. По нашей классификации эти аппараты Сэйболта попадают в категорию полужакрытых нефтометров, но фактически он является комбинацией полужакрытого и закрытого парового типов приборов для определения температуры вспышки.³

³ Паровые приборы для определения температуры вспышки будут рассмотрены в 4-й части нашей серии.

Первый вариант тестера включал в себя водяную баню старого прибора, в которую помещался съемный трехслойный тигель. Во внешней и внутренней стенках тигля имелись отверстия для сообщения с водяной баней. Сложная конструкция крышки позволяла при её повороте изменять объем паровоздушного пространства тигля (рис. 16а). В других вариантах Джордж Сэйболт предлагал использовать жестко закрепленный тигель с использованием своей крышки

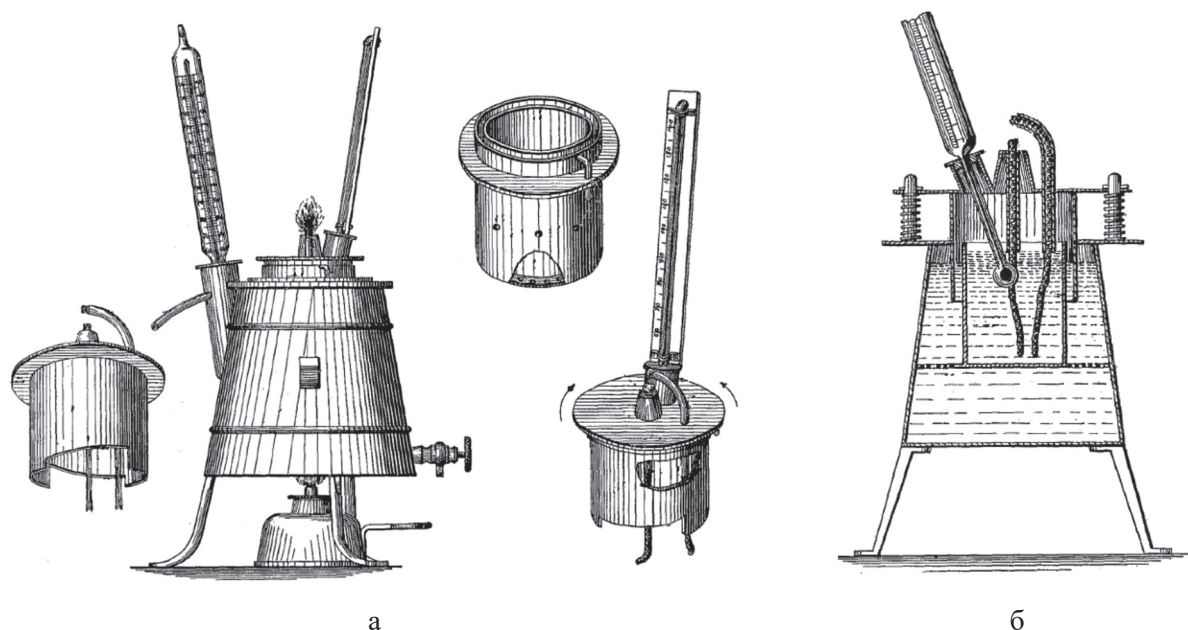
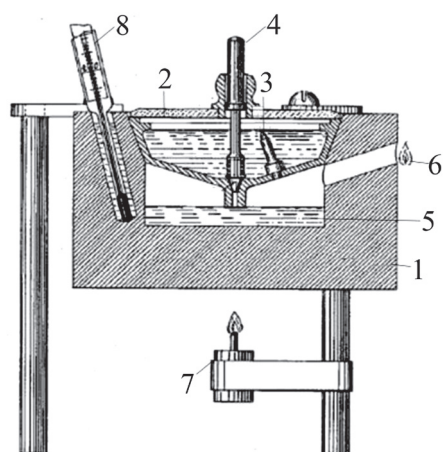


Рис. 16. Аппараты Сэйболта [31]



- 1 – тигель;
- 2 – мерник;
- 3 – переливной цилиндр;
- 4 – штифт с пробкой;
- 5 – резервуар для исследуемой жидкости;
- 6 – запальная горелка;
- 7 – нагревательная горелка;
- 8 – термометр, погруженный в керосин

Рис. 17. Тестер Брауна [20, 33, 34]

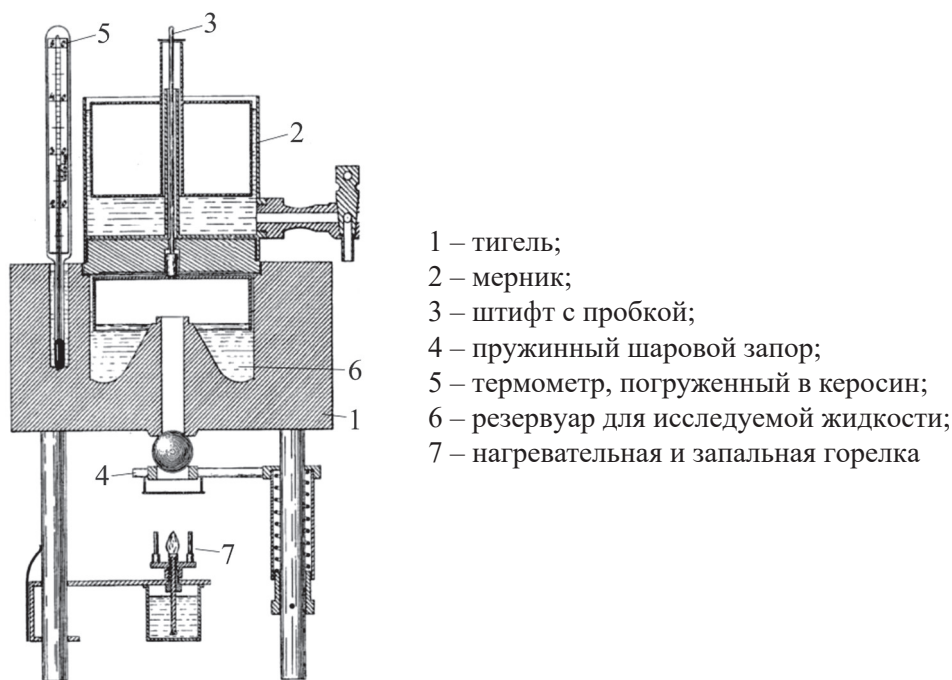
или с применением регулируемого пружинного устройства (рис. 16б).

Принцип действия приборов Сэйболта: при заданной температуре осуществлялся поворот крышки, что способствовало дополнительному выделению паров керосина через изогнутую отводную трубку с фитилем, если вспышки не происходило от запального пламени, расположенного в середине крышки тигля, то с помощью масляной или спиртовой горелки осуществлялся дополнительный нагрев и процедура проверки на вспышку повторялась. С помощью 2-х термометров осуществлялся контроль температуры в водяной бане и в тигле [32].

Прибор Брауна

В 1880 году О. Брауном был запатентован полузакрытый аппарат с воздушной баней, который также можно рассматривать как комбинацию полузакрытого и парового типов приборов (рис. 17). Особенностью конструкции тестера Брауна являлось использование толстостенного тигля весом 6 кг, благодаря которому достигалась равномерность нагрева испытуемой жидкости.

При испытании в медный мерник 2 добавляют 25 мл исследуемой жидкости. После чего поднимают штифт 4, и жидкость заполняет рабочую область резервуара тигля 5. Затем мерник 2 снова



- 1 – тигель;
- 2 – мерник;
- 3 – штифт с пробкой;
- 4 – пружинный шаровой запор;
- 5 – термометр, погруженный в керосин;
- 6 – резервуар для исследуемой жидкости;
- 7 – нагревательная и запальная горелка

Рис. 18. Модификация прибора Брауна [35]

заполняют исследуемой жидкостью до верхнего края переливного цилиндра **3** и закрывают стеклянной крышкой. Нагрев осуществляют с помощью масляной горелки или спиртовки **7**. При нагревании пары исследуемой жидкости выходят через боковое отверстие в тигле, дополнительно вытеснению горючих паров способствует тепловое расширение жидкости в мернике **2**, что приводит к частичному переливанию жидкости через сливной цилиндр и выдавливанию паров из резервуара тигля **5**. При тесте на вспышку к боковому отверстию в тигле подносится запальное пламя. При нагреве жидкости до температуры вспышки фиксируется вспышка, которая приводит к потуханию запального пламени [20, 33, 34].

В дальнейшем О. Брауном была предложена модификация данного прибора (рис. 18) [35], в которой изменены формы мерника и резервуара тигля. Газопароотводное отверстие сделано не в стенке, а в днище тигля. При заполнении резервуара исследуемым керосином оно запирается шаровым пружинным запорным устройством, которое также используется при охлаждении тигля водяной баней. В данной конструкции функция запального пламени совмещена с нагревательной лампой (масляной горелкой). В остальном принцип действия прибора не изменился.

Следует отметить, что концепция, разработанная Брауном в конце XIX века (массивный металлический тигель, малый объем проб), нашла свое

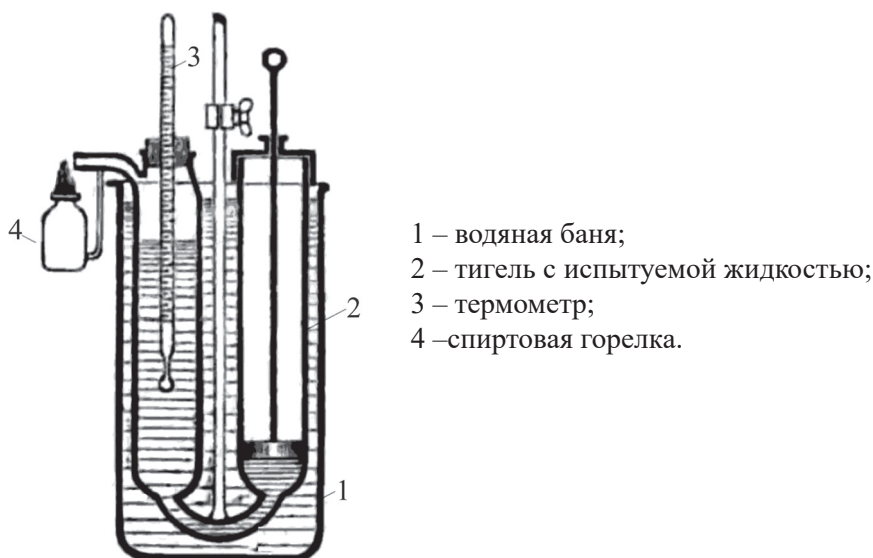
продолжение в 1970-е годы с появлением метода «сетафлеш» («setaflash»).

Тестер Эренберга

Тестер А. Эренберга (A. Ehrenberg) представляет собой систему сообщающихся сосудов, помещенных в водяную баню. Испытуемая жидкость наливается в U-образный тигель и нагревается на водяной бане. Для теста на вспышку рукоятка поршня опускается вниз, при этом пары жидкости выходят через трубку и воспламеняются от пламени спиртовой горелки (рис. 19) [36].

Заключение

Судьба полузакрытых аппаратов сложилась по-разному. Тестеры Эллиота (штата Нью-Йорк), Тальябу, Фостера, Пэрриша, Гранье и штата Висконсин активно использовались до конца 19-го и начала 20-го столетий. Другие были забыты практически сразу после своего рождения. В рекламных изданиях и в лабораторных практикумах начала 20-го века можно встретить предложения по приобретению и использованию также приборов Смита–Джонса, Фостера, Милспу и Манна [37–47], что указывает об их практическом применении для определения температуры вспышки. Однако говорить, что идея полузакрытых аппаратов для определения температуры вспышки



1 – водяная баня;
2 – тигель с испытуемой жидкостью;
3 – термометр;
4 – спиртовая горелка.

Рис. 19. Тестер Эренберга [36]

умерла, и у неё нет будущего, нельзя. В качестве примера можно привести полезные модели приборов А.Ф. Сыщенко, Г.М. Михеева, М.Л. Горельцева и Л.М. Лифшица [47–50], которые практически попадают под нашу классификацию полузакрытых нафтометров.

В следующей публикации будут рассмотрены другие классы приборов для определения температур вспышки и воспламенения.

Литература

1. Алексеев С.Г., Смирнов В.В., Барбин Н.М. Российский химический журнал. 2018. Т. 62. №3. С. 000.
2. White E.W. The Practice of Flash Point Determination: A Laboratory Resource / by ed. R.G. Montemayor. West Conshohocken: ASTM International. 2013. 91 p.
3. Smith H.J., Jones W. Pat. 35184 USA. 1862.
4. Parrish E. Proceedings of the American Pharmaceutical Association at the Tenth Annual Meeting Held in Philadelphia. Philadelphia: Merrihew&Thompson. 1862. P. 206.
5. Parrish E. Fresenius' Zeitschrift für Analytische Chemie. 1864. Bd. 3. S. 228.
6. Лусенко К.И. Нефтяное производство, составленное по новейшим даннымъ. С.-Петербургъ: Типографія брат. Пантелеевыхъ. 1878. 281 с.
7. Thorpe E. A Dictionary of Applied Chemistry. N.Y.: Longmans, Green, and Co. 1913. V. IV. P. 139.
8. Смоленский П.О. Простѣйшіе способы изслѣдованія и оцѣнки доброкачественности съѣстныхъ припасовъ, напитоковъ, воздуха, воды, почвы, жилищъ, освѣтительныхъ матеріаловъ и проч. / Подъ ред. С.А. Пржибытека. С.-Петербургъ: Типограія Я. Трей. 1908. 579 с.
9. Redwood B. Petroleum. L.: Charles Griffin & Company, Ltd. 1913. V. II. 428 p.
10. Allen I.C., Crossfield A.S. Technical Paper No49. Petroleum Technology No 10. Department of Interior. Bureau of Mines. Washington: Government printing office. 1913. 31 p.
11. Tagliabue G. Pat. 36826 USA. 1862.
12. Elliott A.H. Report of State Board of Health of New York No45. Albany: Weed, Parsons and Co., Printers, 1882. 44 p.
13. Chandler C.F. Thirty-Second Annual Report of the American Institute of the City of New York, for the Year 1871–72. Albany: The Argus Co., Printers, 1872. P. 199.
14. Brannt W.T. Petroleum together with the Occurrence and Uses of Natural Gas / by ed. H. Hoefler, A. Veith. Philadelphia: Henry Carey Baird & Co. 1895. P. 426.
15. Clark E. First Annual Report of the Board of Health of the Health Department of the City of New York. N.Y.: The New York Printing Co. 1871. P. 512.
16. Peckham S.F. Report on the Production, Technology, and Uses of Petroleum and its Products. Washington: Census Office, 1884. P. 223.
17. Annual Report of the American Institute of the City of New York for the Years 1862, '63. Albany: Comstock & Cassidy, Printers, 1863. P. 50.
18. Fitzpatrick F.W., Hardy E.R., Pierce D., Condron T.L., Rainey H.E.C., Nuckolls A.H., Robinson J.A., McKeon P.J., Dean A.F., Stratton S.W., Hobbs G.M., White J.M., Waite E.B., Caut R.E., Trow H.C., Boorne W.C., Strawbridge C.H., Shepherd J.M. Cyclopedia of Fire Prevention and Insurance. Chicago: American Technical Society. 1912. V. III. 487 p.
19. Долинин В.К. Горный журналъ. 1887. Т. 1. (Март). С. 442.
20. Redwood B. Petroleum. L.: Charles Griffin & Company, Ltd. 1922. V. III. 630 p.
21. Jensen W.B. Museum Notes. 2015. No31 (March/April). P. 1.

22. *Redwood B., Holloway G.T.* Petroleum. L.: Charles Griffin & Co., Ltd., 1896. V. II. 500 p.
23. *Millsbaugh P.* Pat. 127259 USA. 1872.
24. *Skalweit J., Wagner A.* Zeitschrift für analytische Chemie. 1881. Bd. 20. Nu 1. S. 305.
25. Journal of the Society of Chemical Industry. 1884. Vol. 3 (November). P. 565.
26. *Braun O.* Pat. 19757. D.R.P. 1881.
27. Dinglers Polytechnisches Journal. 1883. Bd. 247. S. 27.
28. Dinglers Polytechnisches Journal. 1891. Bd. 281. S. 21.
29. *Mann S.S.* Pat 204235 USA. 1878.
30. *Merrill R.S.* P. The American Chemist. 1876. (October). P. 121.
31. *Saybolt G.M.* Pat. 218066 USA. 1879.
32. *Saybolt G.M.* Pat. 245568 USA. 1881.
33. *Braun O.* Pat. 14022 D.R.P. 1880.
34. Dinglers Polytechnisches Journal. 1882. Bd. 243. S. 476.
35. *Braun O.* Pat. 18076 D.R.P. 1881.
36. Journal of the Society of Chemical Industry. 1884. V. 3. P. 235.
37. Catalog AA. Chemical and Metallurgical Laboratory Supplies and Assayers' Materials. N.Y.: Eimer & Amend, 1920. P. 384.
38. Bulletin 70. Department of Commerce and Labor. Bureau of the Census. Washington: Government Printing Office, 1907. P. 57.
39. Manufactures 1905. Department of Commerce and Labor. Bureau of the Census. Washington: Government Printing Office. 1908. Part IV. P. 614.
40. *Hicks J.A.* The Laboratory of Mineral Oil Testing. L.: Charles Griffin and Co. Ltd. 1906. 88 p.
41. *Gill A.H.* A Short Hand-Book of Oil Analysis. Philadelphia, London: J.B. Lippincott Co. 1909. 179 p.
42. Standard Methods of Chemical Analysis / by ed. W.W. Scott. N.Y.: D. van Nostrand Co. 1920. P. 567.
43. *Nuckolls A.H.* Chemistry of Combustion. Instruction Paper. Chicago: American School of Correspondence, 1914. – 96 p.
44. *Stillman T.B.* Engineering Chemistry: A Manual of Quantitative Analysis for the Use of Students, Chemists and Engineers. Easton: Chemical Publishing Co. 1900. P. 395.
45. *Scott W.W.* Standard Methods of Chemical Analysis. L.: The Technical press Ltd. 1939. V. II. P. 1702.
46. *Hamor W.I., Padgett F.W.* The Technical Examination of Crude Petroleum, Petroleum Products and Natural Gas. N.Y.: McGraw-Hill Book Co., Inc., 1920. P. 68.
47. Cyclopedia of Fire Prevention and Insurance. Chicago: American Technical Society. 1912. V. III. P. 61.
48. *Сыщенко А.Ф.* Пат. 2282181 РФ. 2006.
49. *Михеев Г.М.* Пат. 2178885 РФ. 2002.
50. *Горельцев М.Л., Лифшиц Л.М.* Автор. Св-во. 625153 СССР. 1978.