



УДК 005:006.86:665.74:614.841.412

## ЭВОЛЮЦИЯ ОГНЕННЫХ ТЕСТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЧЕСТВА НЕФТЕПРОДУКТОВ



### EVOLUTION OF FIRE TESTS DETERMINING THE QUALITY OF PETROLEUM

**Алексеев Сергей Геннадьевич**

кандидат химических наук, доцент,  
член-корреспондент ВАН КБ,  
научный консультант,  
Уральский научно-исследовательский  
институт Всероссийского добровольного  
пожарного общества  
3608113@mail.ru

**Смирнов Виталий Владимирович**

старший преподаватель,  
Уральский институт государственной  
противопожарной службы МЧС России  
s\_vitaly2006@list.ru

**Барбин Николай Михайлович**

доктор технических наук, доцент,  
почетный работник науки и техники РФ,  
ведущий научный сотрудник,  
Уральский институт государственной  
противопожарной службы МЧС России  
NMBarbin@mail.ru

**Аннотация.** В статье рассмотрено развитие огненных тестов, применяемых в XVII-XIX веках для определения качества горючих жидкостей. После появления на рынке дешевого американского керосина в середине XIX века огненные тесты начали использовать для контроля качества и безопасности нефтепродуктов. Рассмотренные в статье примитивные методы контроля качества заложили основу для создания приборов по определению температур вспышки, воспламеняемости и других показателей пожаровзрывоопасности, что в конечном итоге привело к развитию национальных систем классификации горючих жидкостей в разных странах.

**Ключевые слова:** огненные тесты, керосин, нефтепродукты, температура вспышки.

**Alexeev Sergey Gennadievich**

Candidate of chemical sciences,  
Associate Professor,  
Corresponding Member of WASCs,  
Expert Consultant,  
Ural Research Institute  
of the All-Russian Voluntary Fire Society  
3608113@mail.ru

**Smirnov Vitaly Vladimirovich**

Senior Lecturer,  
Ural State Fire Service Institute  
of Emercom of Russia  
s\_vitaly2006@list.ru

**Barbin Nikolay Mikhailovich**

Doctor of technical sciences,  
Associate Professor, Honorary Researcher  
of Science and Technology of Russia,  
Lead Researcher,  
Ural State Fire Service Institute  
of Emercom of Russia  
NMBarbin@mail.ru

**Annotation.** The development of fire tests used in the XVII-XIX centuries to determine the quality of flammable liquids are reviewed in the article. After the appearance of cheap american kerosene on the market in the middle of XIX century, fire tests began to be used to control the quality and safety of petroleum products. The primitive methods of quality control considered in the article laid the foundation for the creation of devices for determining flash points, fire points and other indicators of fire and explosion hazard, which ultimately led to the development of national systems for classifying combustible liquids in different countries.

**Keywords:** fire tests, kerosene, petroleum products, flash point.

Огненные тесты для проверки качества горючих жидкостей в 17–19 столетиях не являлись чем-то особенными. В качестве примера можно привести пруф (proof) классификацию крепости алкогольных напитков, которая родилась из огненного теста смеси рома (джина) с порохом [1]. До наступления «керосиновой эры» огненные тесты широко применялись для проверки качества осветительных масел, полученных из животного, растительного и каменноугольного сырья, причем в круг их пользователей входили не только торговцы и домашние хозяйки, но и ученые, включая М. Фарадея [2]. После американской нефтяной революции 1859 года, когда на рынке появился дешевый керосин, огненные тесты широко применялись для проверки качества керосина и других нефтепродуктов<sup>1</sup> вплоть до начала прошлого столетия.

Все огненные тесты, которые иногда называют грубыми или примитивными методами [4], можно разделить на 5 типов.

<sup>1</sup> В Нефтяном законе (Petroleum Act) 1862 года под термином «петролеум» понимался не только керосин, но и любая жидкость, способная давать горючие пары при температуре менее чем 100 °F (37,8 °C) [3].



## 1. Метод тонкого слоя

Метод тонкого слоя (рис. 1) заключается в следующем: пробу осветительного масла (керосина) выливают на поверхность теплой воды, затем подносят внешний источник зажигания (горящая лучина, свечка или спичка). Если вспышки или воспламенения не происходит, то данная партия керосина относится к категории безопасной. В другом варианте этого метода нагретый керосин выливают в тарелку, после чего осуществляют воздействие открытым пламенем.

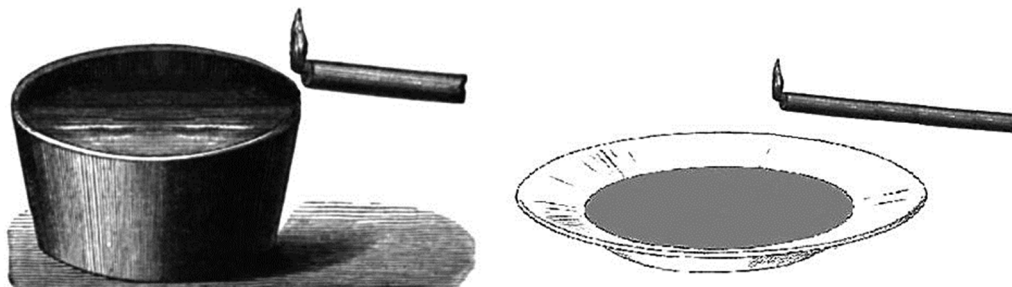


Рисунок 1 – Метод тонкого слоя

В 19 веке метод тонкого слоя широко практиковался в быту и на производстве, как в Европе, так и в Америке, а во Франции он применялся в качестве официального способа контроля качества керосина до 1873 года, а также некоторое время в качестве контрольного метода в американском штате Огайо (Ohio) [5–10].

Идея применения метода тонкого слоя для определения температуры вспышки керосина и других нефтепродуктов в 1869 году была реализована в приборе<sup>1</sup> Хатсхорна (Hartshorn), а в 1925 году в тестере Эттела (Ettel) [4], а американский криминалист Гилмо (Gilmore) приспособил блок для определения температуры плавления и газовую горелку для определения температуры вспышки тонкого слоя горючих жидкостей (рис. 2) [11].

Также можно отметить, что использование водяной подушки в качестве бани реализована в полузакрытых приборах Смита–Джонса (Smith–Jones), Пэрриша (Parrish), Касертелли (Casartelli) и Биля (Biel), которые во второй половине 19-го столетия использовались в США, Голландии, Англии, России и других странах для определения температуры вспышки [12, 13]. В настоящее время принцип метода тонкого слоя внедрен в методику огневых испытаний по оценке эффективности переносных и передвижных устройств пожаротушения [14].



Рисунок 2 – Тестирование горючей жидкости на вспышку в блоке для определения температуры плавления [11]

<sup>1</sup> В 19 столетии термины прибор, аппарат, нафтометр, пирометр и тестер для определения температуры вспышки (воспламенения) рассматривались, как синонимы [4]. Этот подход сохранен в настоящей работе.



## 2. Объемный метод

В объемном методе используются сопоставимые объемы горячей воды (40–50 °С) и керосина, которые ручным способом встряхиваются, после чего к зеркалу полученной смеси подносится запальное пламя. В случае вспышки или воспламенения считается, что партия керосина не выдержала огненный тест и относится к категории небезопасного (опасного) осветительного продукта.

В 70–80-х годах 19-го века появились закрытые паровые нефтометры Майяра (Meयर), Хоялера (Hörlер) и Абельянца (Abelianz), которые широко использовались полицией Швейцарии для контроля качества осветительных масел [15]. В этих приборах технология встряхивания перед тестом на вспышку заимствована из объемного огненного теста. Следует также отметить, что тестеры Майяра, Хоялера и Абельянца можно рассматривать как прообразы современных аппаратов для определения температурных пределов воспламенения горючих жидкостей по ГОСТ 12.1.044 и ASTM E1232 [16, 17].

## 3. Тигельный метод

В тигельном методе предусматривается нагрев чашки (тигля) или пробирки на водяной или воздушной или песчаной бане. Существовал и упрощенный вариант тигельного метода, когда стеклянная пробирка с теплым керосином подносилась горлышком к пламени. В случае отсутствия вспышки при воздействии пламени запальной горелки или свечи партия керосина считалась безопасной.

На первых порах в первой половине и в начале второй половины 19 столетия исследователи использовали этот метод для определения пожаровзрывоопасности осветительных масел, при этом описание его аппаратурной реализации либо опускалось, либо ограничивалось общей информацией типа – небольшой масляный тигель в бассейне с водой [2, 18–24]. В учебных целях данный метод использовался до конца первого этапа развития экспериментальных технологий определения температуры вспышки [25].

Развитие тигельного метода привело к появлению аппаратов: Арнабольди (Arnaboldi), Кедзи (Kedzie), Кулла (Kyll), Тальябу (Tagliabue), Писа (Pease), Шоу (Shaw), Хатсхорна (Hartshorn), Сквайера (Squire), Сайболта (Saybolt), Пинкни (Pinckney), Айсинмана (Aisinman), Лейгтона (Leighton), Манна (Mann), Редвуда (Redwood), Эттфилда (Attfield), Херна (Hearn), Миллса (Mills), Поттера (Potter), Куртуа (Courtois), Кисслинга (Kißling или Kissling), Жерара-Делорье (Guérard-Deslauriers), Ямайки, компании «Negretti & Zambra's», Метрополии, штатов Миннесота (Minnesota), Индиана (Indiana) и Мичиган (Michigan), Калифорнии (California), города Кливленда (Cleveland), официальных тесторов Англии, Швеции и Дании и др., которые относятся к классу «открытый тигель» [4, 13]. Из всего этого многообразия до наших дней дожили только приборы Тага<sup>2</sup> и Кливленда [4, 27]. Безусловно, что идея применения тигля и водяной или воздушной бани также была реализована в нефтометрах закрытого и полужакрытого типов [12, 13, 26, 27].

## 4. Капельный метод

Капельный метод заключался в добавлении несколько капель керосина на нагретую поверхность стальной пластины. Способ контроля за качеством керосина аналогичен методу тонкого слоя, в сущности капельный способ контроля качества нефтепродуктов можно рассматривать, как микровариант метода тонкого слоя. В 1920 году Муром (Moore) разработан прибор для определения температуры воспламенения капли горючей жидкости, который состоит из рифленой стальной пластины, на которой располагается небольшая платиновая или никелевая тигель, перевернутый рифленой жестью с крышкой с двумя отверстиями. Нагрев тигля контролируется с помощью термометра. Для определения температуры воспламенения к одному отверстию крышки подводится небольшое пламя газовой горелки, и добавляют с помощью пипетки несколько капель горючей жидкости во внутреннее пространство тигля через другое отверстие крышки. Дальнейший алгоритм действий аналогичен стандартной методике [28], которая используется в настоящее время [16].

В настоящее время капельный метод широко используется для определения температуры самовоспламенения горючих жидкостей [16, 29].

## 5. Ламповый метод

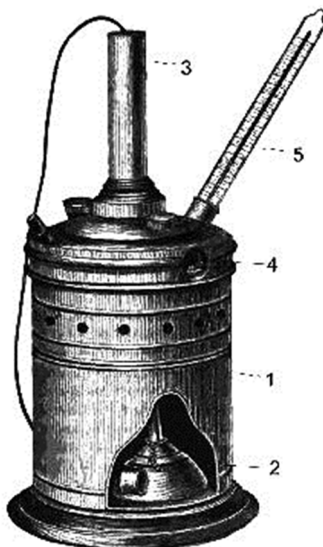
Поскольку в «керосиновую эру» основанная пожаровзрывоопасность в основном была связана с аварийным режимом работы керосиновых приборов и в первую очередь керосиновых ламп, то использование последних в качестве испытательных приборов не выглядело какой-то безумной идеей. Однако достичь каких-либо значимых успехов в данном направлении не удалось. Более продуктивным направлением оказался путь по моделированию процессов, которые имеют в керосиновой лампе. В качестве примера можно привести нефтометр Манна (Mann), который представляет собой ме-

<sup>1</sup> Этот этап закончился в 20-е годы 20-го столетия [4].

<sup>2</sup> Таг (Tag) – сокращение от фамилии Тальябу (Tagliabue).



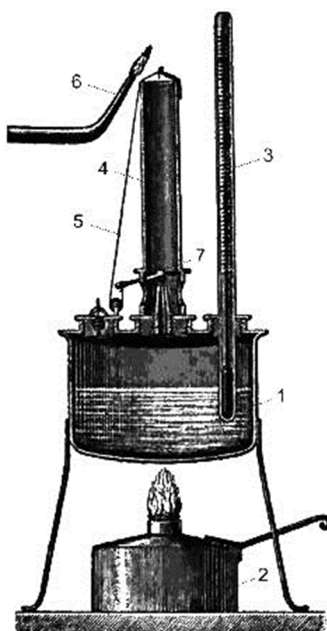
таллическую лампу, в которой держатель фитиля заменен на трубу 3, закрытую сверху резиновой пробкой. Отверстие 4 предназначено для введения небольшого запального пламени. Термометр 5 помещается в металлический чехол (трубка запаянная с одного конца). В верхней части корпуса 1 имеются отверстия, служащие 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.



**Рисунок 3 – Тестер Манна [12]:**

1 – корпус; 2 – нагревательная лампа (спиртовка); 3 – труба;  
4 – отверстие для введения запала; 5 – термометр

Другим примером является тестер Гаваловского (Gawalovski) (рис. 4), который состоит из тигля 1 для испытуемой жидкости, непосредственно нагреваемой спиртовой горелкой 2. К крышке тигля прикреплена горелка Бунзена 7, имеющая предохранительный клапан, поддерживаемый в открытом положении нитью, пропитанной нитратом аммония. При испытании горючая жидкость нагревается и периодически к устью горелки Бунзена 7 подводится запальная горелка 6. Когда происходит вспышка, нить перегорает, предохранительный клапан закрывается, и температура вспышки фиксируется по показаниям термометра 3 [26].



**Рисунок 4 – Тестер Гаваловского [26]:**

1 – тигель; 2 – спиртовая горелка; 3 – термометр; 4 – горелка Бунзена;  
5 – нить, пропитанная нитратом аммония; 6 – запальная горелка; 7 – предохранительный клапан



В настоящее время тестеры Манна и Гаваловского, как и сам ламповый метод забыт.

### Заключение

Огненные методы создали основу для бума по созданию приборов для определения температур вспышки и воспламенения нефтепродуктов, который имел место во второй половине 19-го столетия, что привело к созданию национальных систем классификаций горючих жидкостей в разных странах и развитию научного подхода при обращении с пожаровзрывоопасными жидкостями. Кроме того, примитивные огненные тесты явились прародителями современных методов определения температурных пределов воспламенения и температуры самовоспламенения горючих жидкостей.

### Литература

1. Jensen W.B. The origin of alcohol proof // *Journal of Chemical Education*. – 2004. – Vol. 81. – № 9. – P. 1258. – Doi: 10.1021/ed081p1258
2. On the volatility and inflammability which fish and other fixed oils acquire by continued exposure to certain high temperatures // *The London Journal of Arts and Sciences*. – 1820. – № 3. – Vol. 1. – P. 188–198.
3. An Act for the safe keeping of Petroleum // *The Jurist. New Series*. – 1862. – Vol. 8. – Part 2. – P. 59–60.
4. Алексеев С.Г., Смирнов В.В., Барбин Н.М. Первые нефтометры для определения температуры вспышки жидкостей : 1. Открытый тигель // *Российский химический журнал*. – 2018. – Т. 62. – № 3. – С. 71–87.
5. To detect explosive coal oil // *Scientific American*. – 1862. – Vol. 6. – № 4. – P. 55.
6. Petroleum // *The Mechanics' Magazine. New Series*. – 1862. – Vol. 7. – P. 208–209.
7. Redwood B. Petroleum. – London: Charles Griffin & Co. – 1922. – Vol. 3. – P. 1022.
8. Décret et instruction concernent les huiles minérales // *Journal de Pharmacie et de Chimie*. – 1869. – T. 9. – P. 436–439.
9. Höfer H. Die Petroleum-Industrie Nordamerikas. – Wien: Commissions-Verlag von Faesy & Frick K.K. Hofbuchhandlung, 1877. – P. 142–144.
10. Kedzie R.C. Illuminating oils in use in Michigan // *First annual report of the secretary of the State Board of Health of the State of Michigan for the fiscal year ending Sept. 30, 1873*. – Lansing : W.S. George & Co., State Printers and Binders, 1874. – P. 35–59.
11. Gilmore A.E. A Semi-micro method for flash point determination // *The Journal of Criminal Law, Criminology, and Police Science*. – 1958. – Vol. 49. – № 4. – P. 391–392. – Doi: 10.2307/1141612
12. Алексеев С.Г., Смирнов В.В., Барбин Н.М. Первые нефтометры для определения температуры вспышки жидкостей : 2. Полузакрытый тигель // *Российский химический журнал*. – 2019. – Т. 63. – № 1. – С. 55–70. – Doi: 10.6060/rcj.2019631.4.
13. Алексеев С.Г., Смирнов В.В., Барбин Н.М. Экспертиза высказывания Д.И. Менделеева о британском лимите для безопасного керосина // *Российский химический журнал*. – 2020. – Т. 64 (в печати).
14. Национальный стандарт Российской Федерации. Техника пожарная. Переносные и передвижные устройства пожаротушения с высокоскоростной подачей огнетушащего вещества. Общие технические требования. Методы испытаний : ГОСТ Р 53291-2009. – М. : Стандартинформ, 2009. – 25 с.
15. Алексеев С.Г., Смирнов В.В., Барбин Н.М. Первые нефтометры для определения температуры вспышки жидкостей : 3. Паровые тестеры // *Российский химический журнал*. – 2019. – Т. 63, № 1. – С. 71–85. Doi: 10.6060/rcj.2019631.5.
16. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения : ГОСТ 12.1.044-2018. – М. : Стандартинформ, 2018. – 206 с.
17. Standard test method for temperature limit of flammability of chemicals : ASTM E1232-07(2019). – URL : <https://www.astm.org/Standards/E1232.htm> (дата обращения 06.03.2020).
18. Hutton W.R. On the igniting point of the vapours of some commercial products // *Proceeding of the Royal Philosophical Society of Glasgow*. – 1868-69. – Vol. 2. – № 1. – P. 49–53.
19. Beckwith D.H. A scientific standard for the safety of illuminating oils // *The Sanitarian*. – 1887. – Vol. 18. – № 208. – P. 247–252.
20. Tate N. On the explosibility of petroleum oil // *Pharmaceutical Journal and Transactions. Second Series*. – 1862. – Vol. 4. – № 4. – P. 150–151.
21. Gibbons W.S. Kerosene oil: What it is; with causes and prevention of accidents in its use, together with upwards of fifty analyses and experiments with samples sold in Melbourne. – Melbourne : F. Bailliere, Publisher & Importer, 1862. – 33 p.
22. Allen T. Explosibility of coal oils // *Annual report of the Smithsonian institution*. – Washington : Government Printing Office, 1862. – P. 330–342.
23. Ferrus A.A. Analyse du Mémoire de M.T. Allen, publié dans le Smithsonian report sous le titre: Explosibility of coal oils // *Société Académique des Sciences, Arts, Belles-Lettres, Agriculture et Industrie de Saint-Quentin. Troisième série*. – 1864. – T. 5. – P. 85–104.
24. Tegetmeier W.B. Examination of mineral oils // *The Chemist and Druggist*. – 1863. – Vol. 4. – № 48. – P. 217–218.
25. Holleman A.F. A Laboratory Manual of Organic Chemistry for Beginners. – N.Y. : John Wiley & Sons, Inc., 1917 – P. 8.
26. Алексеев С.Г., Смирнов В.В., Алексеев К.С., Барбин Н.М. Первые нефтометры для определения температуры вспышки жидкостей : 4. Закрытые и дистилляционные тестеры // *Российский химический журнал*. – 2020. – Т. 64 (в печати).



27. Алексеев С.Г., Смирнов В.В., Барбин Н.М. Температура вспышки : История вопроса, дефиниции, методы экспериментального определения // *Пожаровзрывобезопасность*. – 2012. – Т. 21. – Ч. I. – № 5. – С. 35–41.
28. Glazebrook R. *A Dictionary of Applied Physics*. – London : Macmillan and Co., 1922. – Vol. 1. – P. 334–338.
29. Standard Test Method for Autoignition Temperature of Chemicals : ASTM E659-15. – URL : <https://www.astm.org/Standards/E659.htm> (дата обращения 11.03.2020).

## References

1. Jensen W.B. The origin of alcohol proof // *Journal of Chemical Education*. – 2004. – Vol. 81. – № 9. – P. 1258. – Doi: 10.1021/ed081p1258
2. On the volatility and inflammability which fish and other fixed oils acquire by continued exposure to certain high temperatures // *The London Journal of Arts and Sciences*. – 1820. – № 3. – Vol. 1. – P. 188–198.
3. An Act for the safe keeping of Petroleum // *The Jurist. New Series*. – 1862. – Vol. 8. – Part 2. – P. 59–60.
4. Alexeev S.G., Smirnov V.V., Barbin N.N. First naphthometers for determination of flash point of liquids : 1. Open cup devices // *Russian Chemical Journal [Rossiiskii Khimicheskii Zhurnal]*. – 2018. – Vol. 62, № 3. – P. 71–87.
5. To detect explosive coal oil // *Scientific American*. – 1862. – Vol. 6. – № 4. – P. 55.
6. Petroleum // *The Mechanics' Magazine. New Series*. – 1862. – Vol. 7. – P. 208–209.
7. Redwood B. Petroleum. – London : Charles Griffin & Co., 1922. – Vol. 3. – P. 1022.
8. Décret et instruction concernent les huiles minérales // *Journal de Pharmacie et de Chimie*. – 1869. – T. 9. – P. 436–439.
9. Höfer H. Die Petroleum-Industrie Nordamerikas. – Wien : Commissions-Verlag von Faesy & Frick K.K. Hofbuchhandlung, 1877. – P. 142–144.
10. Kedzie R.C. Illuminating oils in use in Michigan // *First annual report of the secretary of the State Board of Health of the State of Michigan for the fiscal year ending Sept. 30, 1873*. – Lansing : W.S. George & Co., State Printers and Binders, 1874. – P. 35–59.
11. Gilmore A.E. A Semi-micro method for flash point determination // *The Journal of Criminal Law, Criminology, and Police Science*. – 1958. – Vol. 49. – № 4. – P. 391–392. – Doi: 10.2307/1141612
12. Alexeev S.G., Smirnov V.V., Barbin N.N. First naphthometers for determination of flash point of liquids. 2. Semi-closed cup devices // *Russian Chemical Journal [Rossiiskii Khimicheskii Zhurnal]*. – 2019. – Vol. 63. – № 1. – P. 55–70. – Doi: 10.6060/rcj.2019631.4
13. Alexeev S.G., Smirnov V.V., Barbin N.N. Examination of the D.I. Mendeleev's expression about the British limit for safe kerosene // *Russian Chemical Journal [Rossiiskii Khimicheskii Zhurnal]*. – 2020. – Vol. 64 (in press).
14. Portable and movable devices of fire extinguishing with high-velocity submission of fire quenching matter. General technical requirements. Test methods : GOST R 53291-2009. – M. : Standartinform, 2009. – 25 p.
15. Alexeev S.G., Smirnov V.V., Barbin N.N. First naphthometers for determination of flash point of liquids : 3. Vapor tester // *Russian Chemical Journal [Rossiiskii Khimicheskii Zhurnal]*. – 2019. – Vol. 63. – № 1. – P. 71–85. – Doi: 10.6060/rcj.2019631.5
16. Fire and explosion hazard of substances and materials. Nomenclature of indices and methods of their determination : GOST 12.1.044-2018. – M. : Standartinform, 2018. – 206 p.
17. Standard test method for temperature limit of flammability of chemicals : ASTM E1232-07(2019). – URL : <https://www.astm.org/Standards/E1232.htm> (accessed: 06.03.2020).
18. Hutton W.R. On the igniting point of the vapours of some commercial products // *Proceeding of the Royal Philosophical Society of Glasgow*. – 1868-69. – Vol. 2. – № 1. – P. 49–53.
19. Beckwith D.H. A scientific standard for the safety of illuminating oils // *The Sanitarian*. – 1887. – Vol. 18. – № 208. – P. 247–252.
20. Tate N. On the explosibility of petroleum oil // *Pharmaceutical Journal and Transactions. Second Series*. – 1862. – Vol. 4. – № 4. – P. 150–151.
21. Gibbons W.S. Kerosene oil: What it is; with causes and prevention of accidents in its use, together with upwards of fifty analyses and experiments with samples sold in Melbourne. – Melbourne : F. Bailliere, Publisher & Importer, 1862. – 33 p.
22. Allen T. Explosibility of coal oils // *Annual report of the Smithsonian institution*. – Washington : Government Printing Office, 1862. – P. 330–342.
23. Ferrus M.A. Analyse du Mémoire de M.T. Allen, publié dans le Smithsonian report sous le titre: Explosibility of coal oils // *Société Académique des Sciences, Arts, Belles-Lettres, Agriculture et Industrie de Saint-Quentin. Troisième série*. – 1864. – T. 5. – P. 85–104.
24. Tegetmeier W.B. Examination of mineral oils // *The Chemist and Druggist*. – 1863. – Vol. 4. – № 48. – P. 217–218.
25. Holleman A.F. *A Laboratory Manual of Organic Chemistry for Beginners*. – N.Y. : John Wiley & Sons, Inc., 1917 – P. 8.
26. Alexeev S.G., Smirnov V.V., Alexeev K.S., Barbin N.N. First naphthometers for determination of flash point of liquids : 4. Closed and distillation testers // *Russian Chemical Journal [Rossiiskii Khimicheskii Zhurnal]*. – 2020. – Vol. 64 (in press).
27. Alexeev S.G., Smirnov V.V., Barbin N.M. Flash Point. Part I. Question History, Conception Definitions and Test Methods of Determination // *Fire and Explosion Safety» [Pozharovzryvobezopasnost]*. – 2012. – Vol. 21. – № 5. – P. 35–41.
28. Glazebrook R. *A Dictionary of Applied Physics*. – London : Macmillan and Co., 1922. – Vol. 1. – P. 334–338.
29. Standard Test Method for Autoignition Temperature of Chemicals : ASTM E659-15. – URL : <https://www.astm.org/Standards/E659.htm> (accessed: 11.03.2020).