

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 13924:2023**

**ASTM D8174-18**

Xuất bản lần 1

**CHẤT THẢI – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHỚP  
CHÁY CỦA CHẤT THẢI LỎNG BẰNG THIẾT BỊ THỬ  
CỐC KÍN CỖ NHỎ**

*Standard test method for finite flash point determination of liquid wastes  
by small-scale closed cup tester*

**HÀ NỘI – 2023**

## Lời nói đầu

**TCVN 13924:2023** được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D8174–18 *Standard test method for finite flash point determination of liquid wastes by small-scale closed cup tester* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D8174–18 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

**TCVN 13924:2023** do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 200 *Chất thải rắn* biên soạn, Viện Tiêu chuẩn Chất lượng Việt Nam đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

**TCVN 13924:2023**

**Lời giới thiệu**

Các giá trị điểm chớp cháy phụ thuộc vào thiết kế của thiết bị, điều kiện của thiết bị được sử dụng và quy trình vận hành được thực hiện. Do đó, điểm chớp cháy chỉ có thể được xác định theo phương pháp thử chuẩn và không có mối tương quan hợp lệ chung nào có thể được đảm bảo giữa các kết quả thu được bằng các phương pháp thử nghiệm khác nhau hoặc bằng các thiết bị thử nghiệm khác nhau.

Phương pháp thử trong tiêu chuẩn này và phương pháp thử trong TCVN 13925 (ASTM D8175) được sử dụng để xác định điểm chớp cháy của chất thải lỏng. Quy trình này chủ yếu bắt nguồn từ phương pháp B của TCVN 6608 (ASTM D3828) (EN ISO 3679 và IP 523) và thường được gọi là phương pháp Setaflash.

TCVN 13924:2023 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D8174–18, có những thay đổi về biên tập cho phép như sau:

<b>ASTM D8174–18</b>	<b>TCVN 13924:2023</b>
Phụ lục A (quy định)	Phụ lục A (quy định)
A1	A.1
A2	A.2
A3	A.3
A4	A.4
A5	A.5
A6	A.6
Phụ lục X (tham khảo)	Phụ lục B (tham khảo)
X1	B.1
X2	B.2
X3	B.3
X4	B.4
X5	B.5

## Chất thải – Phương pháp xác định điểm chớp cháy của chất thải lỏng bằng thiết bị thử cốc kín cỡ nhỏ

*Standard test method for finite flash point determination of liquid wastes by small-scale closed cup tester*

### 1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định quy trình thử nghiệm điểm chớp cháy, trong phạm vi từ  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  của chất thải lỏng bằng cách sử dụng thiết bị thử cốc kín cỡ nhỏ.

CHÚ THÍCH 1: Một số thiết bị không được thiết kế để thử nghiệm nhiệt độ dưới nhiệt độ môi trường xung quanh, vì vậy phạm vi thử nghiệm sẽ nằm trong khoảng từ  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

CHÚ THÍCH 2: Phương pháp thử này không áp dụng cho chất thải lỏng tạo màng bề mặt [xem TCVN 13925 (ASTM D8175)] để xác định điểm chớp cháy của chất thải bằng thiết bị thử cốc kín Pensky-Martens].

1.2 Trong tiêu chuẩn này sử dụng các đơn vị đo lường quốc tế SI, không dùng đơn vị đo lường khác.

1.3 Tiêu chuẩn này đo các đặc tính dễ bắt lửa của chất thải lỏng (có thể là vật liệu thải bất kỳ), có thể bao gồm vật liệu thứ cấp, các sản phẩm không có quy định kỹ thuật và các vật liệu chứa chất lỏng tự do được thu hồi trong các hành động ứng phó khẩn cấp. Kết quả từ phương pháp thử nghiệm này có thể được sử dụng như một phần của đánh giá rủi ro hỏa hoạn của vật liệu, nhưng người sử dụng có trách nhiệm thực hiện xác định đặc tính bổ sung cho việc lưu trữ, vận chuyển, xử lý hoặc thải bỏ theo quy định hiện hành.

1.4 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các quy tắc về an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm thiết lập các quy định thích hợp về an toàn, sức khỏe và môi trường, và phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng. Các tuyên bố cảnh báo đã có trong nội dung tiêu chuẩn. Xem bảng dữ liệu an toàn (SDS) hiện hành để biết thông tin về các chất chuẩn chứng nhận (CRM) hoặc các chất chuẩn làm việc thứ cấp (SWS) có thể được sử dụng trong phương pháp thử nghiệm này. SDS cũng có thể hữu ích nếu biết được một số thành phần của mẫu chất thải.

## 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6608 (ASTM D3828), *Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm chớp cháy cốc kín bằng thiết bị thử có kích thước nhỏ*.

TCVN 8245 (ISO Guide 35), *Mẫu chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê trong chứng nhận*.

TCVN 13925 (ASTM D8175), *Phương pháp xác định điểm chớp cháy của chất thải lỏng bằng thiết bị thử cốc kín Pensky-Martens*.

TCVN ISO IEC 17034 (ISO IEC 17034), *Yêu cầu chung về năng lực của nhà sản xuất mẫu chuẩn*.

ASTM D6299, *Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance* (Thực hành áp dụng các kỹ thuật lập biểu đồ kiểm soát và đảm bảo chất lượng thống kê để đánh giá tính năng của hệ thống đo lường phân tích).

ASTM D7236, *Test method for flash point by small scale closed cup tester (Ramp Method)* (Phương pháp thử điểm chớp cháy bằng thiết bị cốc thử kín cỡ nhỏ (Phương pháp tăng dần nhiệt độ)).

ASTM E502, *Test method for selection and use of astm standards for the determination of flash point of chemicals by closed cup methods* (Phương pháp thử để lựa chọn và sử dụng các tiêu chuẩn ASTM để xác định điểm chớp cháy của hóa chất bằng phương pháp thử cốc kín).

ASTM E1137/E1137M, *Specification for industrial platinum resistance thermometers* (Quy định kỹ thuật đối với nhiệt kế điện trở bạch kim công nghiệp).

EN ISO 3679, *Determination of flash no-flash and flash point – Rapid equilibrium closed cup method* (Xác định điểm không chớp cháy và điểm chớp cháy – Phương pháp cốc kín cân bằng nhanh).

IEC 60751, *Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors* (Điện trở bạch kim công nghiệp và cảm biến đo nhiệt độ).

IP 523, *Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method* (Xác định điểm chớp cháy – Phương pháp thử cốc kín cân bằng nhanh).

IP 534, *Determination of flash point – Small scale closed cup ramp method* (Xác định điểm chớp cháy – Phương pháp thử cốc kín cỡ nhỏ tăng dần nhiệt độ).

## 3 Thuật ngữ, định nghĩa

### 3.1 Định nghĩa

#### 3.1.1

**Áp suất khí quyển môi trường xung quanh** (ambient barometric pressure)

Trong các phương pháp thử điểm chớp cháy của chất thải, là áp suất khí quyển ở môi trường xung quanh nơi đặt thiết bị đo điểm chớp cháy.

### 3.1.2

#### Nhiệt độ môi trường xung quanh (ambient temperature)

Trong các phương pháp thử điểm chớp cháy của chất thải, là nhiệt độ ở môi trường xung quanh nơi đặt thiết bị đo điểm chớp cháy.

### 3.1.3

#### Cân bằng (equilibrium)

Trong các phương pháp thử điểm chớp cháy của chất thải, là trạng thái trong đó hơi phía trên mẫu con và mẫu con ở cùng nhiệt độ tại thời điểm áp dụng nguồn đánh lửa.

**3.1.3.1 Thảo luận** - Trạng thái này có thể không đạt được hoàn toàn trong thực tế do nhiệt độ có thể không đồng đều trong khắp toàn bộ mẫu con, nắp thử nghiệm và cửa sập trên thiết bị có thể mát hơn hoặc ấm hơn.

### 3.1.4

#### Điểm chớp cháy (flash point)

Trong các phương pháp thử điểm chớp cháy của chất thải, nhiệt độ thấp nhất của mẫu con được điều chỉnh để tính đến sự biến đổi của áp suất khí quyển 101,3 kPa, tại đó việc áp dụng nguồn gây cháy làm hơi của mẫu con bắt cháy trong các điều kiện xác định của thử nghiệm.

### 3.1.5

#### Nhiệt độ dưới nhiệt độ môi trường xung quanh (subambient temperature)

Trong các phương pháp thử điểm chớp cháy của chất thải, nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ môi trường xung quanh nơi đặt thiết bị đo điểm chớp cháy.

## 4 Tóm tắt phương pháp

**4.1** Mẫu con được đưa vào cốc thử của thiết bị đã được đặt và duy trì ở nhiệt độ điểm chớp cháy dự kiến. Sau thời gian quy định, áp dụng nguồn đánh lửa và xác định xem có xảy ra chớp cháy hay không. Quy trình này được lặp lại bằng cách thay đổi nhiệt độ thử nghiệm và lấy mẫu con nhiều lần để xác định điểm chớp cháy.

**4.2** Nếu không biết nhiệt độ điểm chớp cháy dự kiến, thì có thể sử dụng quy trình sàng lọc theo đó nhiệt độ được tăng lên trong khi vẫn giữ nguyên mẫu con và nguồn lửa được áp dụng cho các khoảng thời gian để thiết lập điểm chớp cháy dự kiến. Ví dụ về quy trình này được đưa ra trong Phụ lục B.1.

## 5 Ý nghĩa và sử dụng

**5.1** Quy trình này được sử dụng để đánh giá khả năng bắt lửa của chất thải lỏng.

**5.2** Điểm chớp cháy đo đáp ứng của mẫu con với nhiệt được áp dụng và nguồn đánh lửa trong điều

## TCVN 13924:2023

kiện phòng thí nghiệm được kiểm soát. Đây chỉ là một trong số các tính chất phải được xem xét khi đánh giá nguy cơ dễ cháy tổng thể của chất thải lỏng.

**5.3** Điểm chớp cháy có thể chỉ ra khả năng có mặt các vật liệu rất dễ bay hơi và dễ cháy trong vật liệu tương đối ít bay hơi hoặc không dễ cháy.

**5.4** Phương pháp thử này sử dụng thể tích mẫu nhỏ (2 mL) và thời gian thử nghiệm ngắn (1 min).

## 6 Cản trở

**6.1** Các kim loại như nhôm phản ứng với các chất thải ăn mòn giải phóng khí hydro, khí này có thể gây ra hiện tượng chớp cháy dương tính giả. Đối với các chất thải ăn mòn, thì phải sử dụng cốc có lớp thép không gỉ.

### 6.2 Chất thải lỏng tạo thành màng bề mặt trong các điều kiện thử nghiệm

Đối với các loại chất thải này, phải sử dụng phương pháp thử theo TCVN 13925 (ASTM D8175). Tuy nhiên, nếu chất thải tạo màng trên bề mặt và cũng có tính ăn mòn, thì phải sử dụng thiết bị thử cốc kín cỡ nhỏ có cốc bằng thép không gỉ.

CHÚ THÍCH 3: Nếu một điểm quyết định theo quy định đang được đánh giá đối với chất thải tạo thành màng trên bề mặt, thì điểm chớp cháy trong máy thử cỡ nhỏ phải được coi là điểm chớp cháy tối đa và có thể không đáp ứng được việc đánh giá điểm quyết định theo quy định.

### 6.3 Thành phần halogen hóa

**6.3.1** Sự có mặt của một số thành phần halogen hóa trong chất thải có thể làm chớp cháy xuất hiện màu xanh lá cây thay vì màu xanh lam.

**6.3.2** Một số hợp chất halogen hóa có thể chớp cháy và một số hợp chất halogen hóa chỉ cháy. Không nhầm lẫn việc đốt cháy thành phần halogen hóa trong chất thải với chớp cháy.

**6.4** Do bản chất của chất thải, mà các kết quả điểm chớp cháy của chất thải có thể không nhất quán. Ví dụ có thể bao gồm các giọt dễ bay hơi lơ lửng trong gel. Có thể cần đến phép thử bổ sung để xác định điểm chớp cháy thấp nhất có thể phát hiện được.

## 7 Thiết bị và dụng cụ

### 7.1 Thiết bị đo điểm chớp cháy

Các kích thước và yêu cầu cơ bản của thiết bị được nêu trong Hình A.1.1 và Bảng A.1.1, Phụ lục A.1. Thiết bị và phụ kiện được mô tả chi tiết trong Phụ lục A.1. Phạm vi nhiệt độ là từ  $-20^{\circ}\text{C}$  đến  $70^{\circ}\text{C}$ . Một số phiên bản của thiết bị không bao gồm toàn bộ phạm vi nhiệt độ.

CHÚ THÍCH 4: Có thể nhiệt độ ban đầu thấp nhất của thiết bị cao hơn đáng kể so với điểm chớp cháy thực tế có thể phát hiện được của mẫu. Các điều kiện có thể vượt quá giới hạn nêu trên và dẫn đến âm tính giả.

## 7.2 Khí áp kế

Khí áp kế phải có độ chính xác từ 0,5 kPa trở lên. Khí áp kế đã được hiệu chỉnh trước để sử dụng tại các trạm dự báo thời tiết hoặc sân bay là không phù hợp.

## 7.3 Tấm chắn gió

Tấm chắn đặt ở phía sau và hai bên của thiết bị, để sử dụng trong những trường hợp không có biện pháp chắn gió.

## 7.4 Thiết bị làm mát

Thiết bị được sử dụng để giảm nhiệt độ thử nghiệm của cốc mẫu. Điều này có thể tích hợp hoặc độc lập với thiết bị đo điểm chớp cháy. Xem A.1.2.3 và Phụ lục A.3.

# 8 Thuốc thử và vật liệu thử

## 8.1 Dung môi làm sạch

Sử dụng dung môi thích hợp để làm sạch mẫu con ra khỏi cốc thử. Hai dung môi thường được sử dụng là toluen và axeton.

**CẢNH BÁO** – Toluene, axeton và nhiều dung môi khác dễ cháy và gây nguy hiểm đến sức khỏe.

## 8.2 Butan, propan và khí tự nhiên

Những chất này được sử dụng làm môi dẫn và nguồn đánh lửa (không bắt buộc nếu sử dụng bộ đánh lửa điện).

**CẢNH BÁO** – Butan, propan và khí tự nhiên khác dễ cháy và gây nguy hiểm đến sức khỏe.

## 8.3 Keo truyền nhiệt

Loại này được sử dụng để tạo sự tiếp xúc trực tiếp giữa cốc và dụng cụ đo nhiệt độ.

## 8.4 Chất chuẩn chứng nhận (CRM): Xem Phụ lục A.2.

# 9 Lấy mẫu

**9.1** Lấy mẫu để phân tích, lấy mẫu con phải đại diện cho nguồn chất thải. Khi có thể, lấy ít nhất 50 mL mẫu từ chất thải một pha. Nếu nghi ngờ có chất thải nhiều pha, thì lấy thể tích mẫu lớn hơn để đảm bảo đủ các thể tích pha cho thử nghiệm. Sử dụng mẫu con 2 mL cho mỗi bước trong quá trình xác định điểm chớp cháy.

**9.2** Các mẫu có nhiều pha thì phải tách thành các pha riêng rẽ. Thử nghiệm riêng từng pha.

**9.3** Bảo quản mẫu trong vật chứa sạch, được đậy kín, để ở nhiệt độ phòng (20 °C đến 25 °C) hoặc lạnh hơn. Không làm đóng băng mẫu. Nếu mẫu bị đóng băng, thì làm ấm mẫu đến khi mẫu trở về trạng thái lỏng. Tránh bảo quản mẫu ở nhiệt độ vượt quá 20 °C. Không bảo quản mẫu trong thời gian dài trong vật



## TCVN 13924:2023

chứa bị thấm khí, như một số loại nhựa, vì chất dễ bay hơi có thể khuếch tán qua thành của vật chứa. Các mẫu trong vật chứa bị nghi ngờ rò rỉ, vì các chất dễ bay hơi có thể bị thất thoát và có thể không cho kết quả hợp lệ.

CHÚ THÍCH 5: Nếu điểm quyết định theo quy định đang được đánh giá đối với chất thải trong thùng chứa bị rò rỉ, thì có thể không thỏa mãn việc đánh giá khi không có điểm chớp cháy hoặc điểm chớp cháy vượt quá điểm quy định.

9.4 Có thể nhận được điểm chớp cháy cao không chính xác khi không thực hiện các biện pháp phòng ngừa thất thoát các vật liệu dễ bay hơi. Không mở thùng chứa khi không cần thiết.

## 10 Chuẩn bị thiết bị

10.1 Đặt thiết bị trên bề mặt bằng phẳng, chắc chắn. Trừ khi tiến hành phép thử tại nơi kín gió, nếu không xung quanh thiết bị phải có ba mặt được lắp tấm chắn gió (xem 7.3) để bảo vệ. Không dựa vào các phép thử được thực hiện trong tủ thông gió phòng thí nghiệm trừ khi không khí và hơi được chiết có thể được rút ra mà không tạo ra các dòng không khí trên cốc thử trong suốt thời gian áp dụng nguồn đánh lửa.

10.2 Thực hiện theo hướng dẫn của nhà sản xuất về cách bảo dưỡng thiết bị cũng như để vận hành chính xác mọi nút điều khiển.

10.3 Chuẩn bị thiết bị để vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất để hiệu chuẩn, kiểm tra và vận hành thiết bị, đặc biệt là nguồn đánh lửa.

**CẢNH BÁO** – Kích thước ngọn lửa thử được đặt không chính xác hoặc thiết lập bộ đánh lửa điện không chính xác có thể ảnh hưởng đáng kể đến kết quả thử nghiệm.

10.4 Làm sạch cốc thử, nắp đậy và các phụ kiện của cốc bằng dung môi (8.1) thích hợp để loại bỏ các vết dính hoặc phần sót lại từ phép thử trước. Lau khô bằng giấy thấm. Thổi không khí khô, sạch để loại bỏ hết các vết dung môi. Có thể sử dụng chất làm sạch đường ống để làm sạch lỗ rót. Thải bỏ dung môi và chất thải theo quy định của hiện hành.

10.5 Nếu thiết bị không tự động ghi, thì đo và ghi lại áp suất khí quyển xung quanh tại mỗi lần thử nghiệm.

10.6 Có thể sử dụng detector chớp cháy nhiệt điện tử (A.1.6) thay cho việc quan sát trực quan ánh chớp. Trong trường hợp có tranh chấp, phải sử dụng cách quan sát trực quan.

10.7 Đối với nhiệt độ thử dưới môi trường xung quanh (thường từ  $-20^{\circ}\text{C}$  đến  $20^{\circ}\text{C}$ ), xem Phụ lục A.3, trừ khi thiết bị có cốc làm mát tích hợp.

## 11 Kiểm tra xác nhận thiết bị

11.1 Nếu cần, kiểm tra xác nhận và hiệu chỉnh các số đọc trên thiết bị đo nhiệt độ (A.1.8) ít nhất 12 tháng một lần theo hướng dẫn của nhà sản xuất và dụng cụ đo nhiệt độ phù hợp với A.1.2.3 và A.4.

**11.2** Kiểm tra xác nhận hoạt động chính xác của thiết bị và các bộ phận liên quan (đồng hồ đo áp suất, dụng cụ đo nhiệt độ, bộ phận làm mát, v.v...) trước khi sử dụng lần đầu. Thực hiện theo các khuyến nghị của nhà sản xuất.

**11.3** Kiểm tra xác nhận tính năng của thiết bị trước khi sử dụng lần đầu và ít nhất một lần mỗi năm bằng cách xác định điểm chớp cháy của CRM. Ví dụ về chất lỏng phù hợp và điểm chớp cháy gần đúng của chúng được nêu trong Phụ lục A.2. Sử dụng CRM có điểm chớp cháy gần với phạm vi nhiệt độ dự kiến của các mẫu được thử nghiệm. Điểm chớp cháy của chất chuẩn phải được kiểm tra theo Điều 12 và Điều 13. Điểm chớp cháy thu được phải nằm trong giới hạn nêu trong Bảng A.2.1 đối với CRM xác định hoặc trong giới hạn tính toán đối với CRM chưa được liệt kê (Phụ lục A.2) .

**11.4** Sau khi tính năng của thiết bị đã được kiểm tra xác nhận, có thể xác định được điểm chớp cháy của các mẫu chuẩn làm việc thứ cấp (SWS) cùng với các giới hạn kiểm soát của chúng. Các mẫu chuẩn thứ cấp này sau đó có thể được sử dụng để kiểm tra tính năng thường xuyên hơn (Phụ lục A.2).

**11.5** Khi kết quả điểm chớp cháy thu được từ 11.3 hoặc 11.4 không nằm trong giới hạn được chấp nhận, thì kiểm tra tình trạng và hoạt động của thiết bị để đảm bảo phù hợp với các chi tiết được liệt kê trong Phụ lục A.1. Kiểm tra độ kín của nắp (A.1.2.2); hoạt động của detector chớp cháy; kích thước, cường độ và vị trí của nguồn đánh lửa (A.1.3); và hoạt động của detector chớp cháy (nếu được trang bị). Kiểm tra để chắc chắn có đủ lượng keo truyền nhiệt xung quanh dụng cụ đo nhiệt độ và số đọc của dụng cụ đo nhiệt độ. Ngoài ra, đảm bảo rằng các phép đo áp suất khí quyển là chính xác, thiết bị được che chắn đầy đủ khỏi gió lùa và các phép tính là chính xác. Sau khi có bất kỳ điều chỉnh nào, thì cần lặp lại phép thử trong 11.3 hoặc 11.4 sử dụng mẫu con mới.

## 12. Cách tiến hành

**12.1** Kiểm tra cốc và nắp về độ sạch và đảm bảo hoạt động chính xác, đặc biệt là độ kín của nắp (A.1.2.2), hoạt động của tấm chắn, kích thước, cường độ và vị trí của nguồn đánh lửa (A.1.3). Làm sạch và điều chỉnh nếu cần (10.4). Đặt nắp vào đúng vị trí và đóng chặt.

**12.2** Cài đặt nhiệt độ cốc thử đến nhiệt độ điểm chớp cháy dự kiến của mẫu, theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

**12.2.1** Nếu không biết điểm chớp cháy dự kiến của mẫu, thì ước tính điểm chớp cháy dự kiến. Có thể tìm ví dụ về quy trình phù hợp để ước tính điểm chớp cháy dự kiến trong Phụ lục B.1.

**12.2.2** Khi cốc đã ở nhiệt độ thử, đổ đầy mẫu cần thử vào xyranh; xả mẫu con vào cốc qua cổng nạp bằng cách nhấn xyranh. Nếu cần, có thể bổ sung mẫu con trực tiếp vào cốc, sau đó khóa chặt nắp. Nếu mẫu con quá nhớt khó lấy được bằng xyranh, thì có thể dùng muỗng để chuyển khoảng 2 mL mẫu vào cốc. Cỡ mẫu con có thể là khối lượng tương đương với thể tích yêu cầu. Đảm bảo mẫu con được dàn đều trong cốc.

**12.2.3** Bật đồng hồ hẹn giờ trong khoảng thời gian cân bằng nhiệt 1 min; nếu có thể, thấp đèn hoa tiêu

## **TCVN 13924:2023**

và điều chỉnh ngọn lửa cho phù hợp với thước đo 4 mm.

**12.2.4** Khi kết thúc giai đoạn cân bằng nhiệt 1 min, cấp nguồn đánh lửa bằng cách mở từ từ và đồng đều khóa rồi đóng hoàn toàn trong khoảng thời gian 2,5 s. Quan sát kỹ chớp cháy khi mở cốc thử nếu không sử dụng detector chớp cháy tự động.

**12.2.5** Mẫu con được coi là bùng cháy khi ngọn lửa lớn xuất hiện và tự lan ngay trên bề mặt của mẫu con. Đôi khi, đặc biệt là gần điểm chớp cháy thực tế, việc sử dụng nguồn đánh lửa có thể gây ra quang xanh lam hoặc ngọn lửa lan rộng; đây không phải là chớp cháy và cần bỏ qua.

**12.2.6** Nếu phát hiện thấy chớp cháy, lặp lại quy trình nêu trong 12.2.2 đến 12.2.5, thử nghiệm mẫu con ở nhiệt độ thấp hơn 5 °C mỗi lần cho đến khi không phát hiện thấy chớp cháy, khi đó tiếp tục thực hiện 12.2.8.

**12.2.7** Nếu không phát hiện thấy chớp cháy nào, thì lặp lại quy trình nêu trong 12.2.2 đến 12.2.5, thử nghiệm mẫu thử mới ở nhiệt độ cao hơn 5 °C mỗi lần cho đến khi phát hiện thấy chớp cháy. Nếu không phát hiện thấy chớp cháy nào ở nhiệt độ lên đến 70 °C, thì dừng thử nghiệm và báo cáo là không có chớp cháy.

**12.2.8** Sau khi thiết lập điểm chớp cháy trong hai nhiệt độ cách nhau 5 °C, lặp lại quy trình ở các khoảng 1 °C từ nhiệt độ thấp hơn trong hai nhiệt độ đó cho đến khi phát hiện thấy chớp cháy.

**12.2.9** Ghi lại nhiệt độ của phép thử khi chớp cháy này xảy ra là điểm chớp cháy được phát hiện, cho phép hiệu chỉnh nhiệt kế đã biết.

**12.2.10** Điểm chớp cháy xác định được trong 12.2.8 cần chính xác đến 1 °C.

**12.2.10.1** Nếu muốn độ chính xác được cải thiện (chính xác đến 0,5 °C), thì thử một mẫu con mới ở nhiệt độ thấp hơn 0,5 °C so với nhiệt độ mà tại đó phát hiện thấy chớp cháy trong 12.2.8. Nếu không phát hiện thấy chớp cháy, thì nhiệt độ được ghi trong 12.2.8 là điểm chớp cháy chính xác đến 0,5 °C. Nếu phát hiện có chớp cháy ở nhiệt độ thấp hơn (12.2.8), thì ghi lại nhiệt độ thấp hơn này là điểm chớp cháy.

**12.2.11** Ghi lại có chớp cháy hoặc không chớp cháy, nhiệt độ thử nghiệm và áp suất khí quyển xung quanh.

**12.2.12** Nếu có thể, tắt ngọn lửa môi và ngọn lửa thử. Lấy mẫu con ra, làm sạch cốc và đặt nắp.

**CẢNH BÁO** – Để nhiệt độ cốc giảm xuống đến mức an toàn trước khi làm sạch.

**12.2.13** Lặp lại phép thử với một hoặc nhiều mẫu con ở nhiệt độ điểm chớp cháy được phát hiện.

**12.2.13.1** Hiệu chỉnh từng kết quả đối với áp suất khí quyển và lấy trung bình các kết quả đã hiệu chỉnh đối với mẫu.

**12.2.13.2** Hai kết quả được phát hiện thu được trong phạm vi độ chụm lặp lại trong Điều 15 đều được chấp nhận. Nếu kết quả giữa hai hoặc nhiều phép thử không nhất quán thì sử dụng nhiệt độ thấp hơn thay cho nhiệt độ điểm chớp cháy trung bình đã hiệu chỉnh.

### 13 Tính kết quả

#### 13.1 Tính hiệu chỉnh áp suất

Nếu áp suất khí quyển xung quanh (10.5) khác 101,3 kPa, hiệu chỉnh điểm chớp cháy được phát hiện bằng Công thức (1) như sau:

$$\text{Hiệu chỉnh điểm chớp cháy} = C + 0,25 (101,3 - A) \quad (1)$$

Trong đó

C      điểm chớp cháy được phát hiện, °C, và

A      áp suất khí quyển xung quanh, kPa.

#### 13.2 Tính kết quả điểm chớp cháy trung bình đã hiệu chỉnh

Trung bình hai hoặc nhiều kết quả đã hiệu chỉnh đối với điểm chớp cháy ghi lại cuối cùng của một mẫu:

$$\text{Trung bình kết quả điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh: } \bar{x} = \frac{1}{n} (x_1 + \dots + x_n) \quad (2)$$

Trong đó

$n$       số mẫu con,

$\bar{x}$       trung bình kết quả điểm chớp cháy, và

$x_n$       kết quả điểm chớp cháy của mẫu con đã hiệu chỉnh.

CHÚ THÍCH 6: Thông tin bổ sung cho các đơn vị không phải hệ SI có thể xem Phụ lục B.4.

### 14 Báo cáo

**14.1** Báo cáo giá trị trung bình của điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh được làm tròn đến 1 °C hoặc 0,5 °C gần nhất.

**14.1.1** Chuyển đổi điểm chớp cháy sang độ F bằng Công thức 3, nếu cần.

**14.2** Báo cáo phương pháp thử nghiệm được sử dụng, nhận biết vật liệu cần thử nghiệm, ngày thử nghiệm và các sai lệch so với quy trình được quy định trong Điều 12.

**14.3** Do bản chất của một số chất thải, có thể khó xác định hai hoặc nhiều điểm chớp cháy được phát hiện/hiệu chỉnh trong phạm vi độ lặp lại. Nếu chất thải chớp cháy trong một dải nhiệt độ, thì điểm chớp cháy thấp nhất phải được báo cáo (xem 12.2.13.2). Ngoài ra, nếu phù hợp để sử dụng dữ liệu, thì kết quả "nhỏ hơn" có thể được báo cáo.

### 15 Độ chụm và độ chệch

#### 15.1 Độ chụm

Quy trình trong phương pháp thử này để đo điểm chớp cháy không quy định độ chụm vì về bản chất,

## **TCVN 13924:2023**

mỗi mẫu chất thải lỏng đều có thành phần riêng và do đó không đưa ra được tuyên bố về độ chum. Những hạn chế chứng minh độ chum lặp lại đối với một số chất thải lỏng thay thế được nêu trong Phụ lục B.5.

### **15.2 Độ chệch**

Quy trình trong phương pháp thử này không có độ chệch vì điểm chớp cháy chỉ có thể được xác định theo phương pháp thử này.

**Phụ lục A**

(quy định)

**Các thiết bị, dụng cụ thử nghiệm và một số phép thử****A.1 Thiết bị thử nghiệm chớp cháy****A.1.1 Thiết bị thử nghiệm điểm chớp cháy****A.1.1.1** Xem Hình A.1.1, Hình A.1.2 và Bảng A.1.1.**A.1.2 Cốc thử**

**A.1.2.1** Cốc thử gồm một khối bằng nhôm hoặc kim loại không gỉ có độ dẫn điện thích hợp với phần lõm hình trụ trên đó có lắp nắp đậy. Dụng cụ đo nhiệt độ được lắp vào khối. Miếng lót cốc bằng thép không gỉ có thể được lắp vào khối kim loại để bảo vệ khỏi chất thải ăn mòn; các kích thước cuối cùng, gồm cả miếng lót cốc bằng thép không gỉ, phải phù hợp với Hình A.1.1.

**A.1.2.2** Nắp đậy được lắp với cửa sập và thiết bị có thể đưa nguồn đánh lửa vào cốc thử khi cửa sập. Nắp cũng có một lỗ mở rộng vào giếng mẫu để đưa mẫu con vào và cũng có một thiết bị kẹp phù hợp để cố định chặt nắp vào khối kim loại. Ba lỗ trên nắp phải nằm trong đường kính của giếng mẫu. Khi cửa sập ở vị trí mở, hai lỗ trên cửa sập phải trùng với hai lỗ tương ứng trên nắp.

**A.1.2.3** Bộ gia nhiệt bằng điện được gắn vào cốc thử sao để truyền nhiệt hiệu quả. Nút kiểm soát nhiệt phải có khả năng kiểm soát nhiệt độ của cốc thử, được đo bằng dụng cụ đo nhiệt độ và trong khu vực không có gió lùa, trong khoảng  $\pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  đối với nhiệt độ thử nghiệm lên đến  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong quá trình thử nghiệm. Việc làm mát cốc thử có thể sử dụng thiết bị hiệu ứng Peltier, bộ phận làm lạnh bên ngoài hoặc miếng đệm làm mát (xem Phụ lục A.3).

**A.1.3 Nguồn đánh lửa****A.1.3.1** Dùng để nhúng vào cốc thử để kiểm tra sự chớp cháy.**A.1.3.2 Ngọn lửa thử và ngọn lửa môi**

Ngọn lửa thử có cơ cấu phù hợp để nhúng vào cốc thử để kiểm tra chớp cháy và ngọn lửa môi để duy trì ngọn lửa thử, cả hai đều cần thiết cho nguồn đánh lửa này. Khi được lắp vào, đầu phun của nguồn đánh lửa phải giao với mặt phẳng dưới nắp. Ngọn lửa có thể được cung cấp nhiên liệu bằng butan hoặc propan bên ngoài hoặc bình chứa sẵn hoặc gắn với bình butan hoặc propan. Vòng đo có đường kính 4 mm, được khắc trên nắp gần ngọn lửa thử, giúp cho việc đồng nhất về kích thước ngọn lửa thử.

**CẢNH BÁO** – Không nạp lại hoặc thay bình khí khi ở nhiệt độ cao, hoặc khi ngọn lửa môi hoặc ngọn lửa thử cháy sáng, cũng như khi ở gần các ngọn lửa khác.

**A.1.3.3 Bộ đánh lửa điện tử**

Bộ đánh lửa có cơ chế thích hợp để nhúng vào cốc thử để thử nghiệm chớp cháy và tắt chấn (A.1.9).



**Bảng A.1.1 – Kích thước cơ bản của thiết bị thử nghiệm điểm chớp cháy<sup>A,B</sup>**

	mm
<i>Khối:</i>	
Đường kính khối	61,5 – 62,5
Đường kính cốc thử	49,40 – 49,70
Độ sâu cốc thử	9,70 – 10,00
Đỉnh khối đến tâm lỗ nhiệt kế	16,00 – 17,00
Đường kính lỗ nhiệt kế	Xấp xỉ 7,00
<i>Nắp:</i>	
Độ dài lỗ lớn	12,42 – 12,47
Độ rộng lỗ lớn	10,13 – 10,18
Độ dài lỗ nhỏ	5,05 – 5,10
Độ rộng lỗ nhỏ	7,60 – 7,65
Khoảng cách giữa các mép cực đại của các lỗ mờ nhỏ	48,37 – 48,42
Đường kính lỗ nạp	4,00 – 4,50
Lỗ ống nạp	1,80 – 1,85
Khoảng cách cực đại của ống nạp kể từ đáy giếng với nắp đầy	0,75
<i>Cửa sập:</i>	
Độ dài lỗ lớn	12,42 – 12,47
Độ rộng lỗ lớn	10,13 – 10,18
Độ dài lỗ nhỏ	5,05 – 5,10
Độ rộng lỗ nhỏ	7,60 – 7,65
Mép gần của lỗ mờ lớn tới điểm cuối của cửa sập	12,80 – 12,85
Cực trị của lỗ mờ lớn và nhỏ	30,40 – 30,45
<i>Đầu phun đánh lửa khí (nếu được lắp):</i>	
Độ dài của vòi	18,30 – 18,40
Đường kính ngoài của đầu cuối vòi	2,20 – 2,60
Lỗ của vòi	1,60 – 1,65
Độ cao của trung tâm đầu phun trên bề mặt trên cùng của nắp	11,00 – 11,20
Trụ đỡ của vòi đến tâm của khối với nắp được đầy	12,68 – 12,72
<i>Bộ đánh lửa (kích thước điển hình, nếu được lắp):</i>	
Độ dài đến trụ đỡ	33,00 – 33,25
Độ cao của tâm vòi phía trên bề mặt của nắp	27,75 – 28,00
Trụ đỡ bộ đỡ bộ đánh lửa đến tâm của khối với nắp được đầy	25,80 – 26,00

<sup>A</sup> Vòng đệm chữ O hoặc miếng đệm, dùng để bịt kín khi đóng nắp, phải được làm bằng vật liệu chịu nhiệt có khả năng chịu được nhiệt độ thử nghiệm và vật liệu được thử nghiệm.

<sup>B</sup> Khi ở vị trí, thiết bị đo nhiệt độ phải tiếp xúc nhiệt tốt với khối cốc thử.

### A.1.5 Xyranh

Được trang bị kim phun thích hợp để sử dụng với thiết bị, được điều chỉnh để cung cấp 2,00 mL ± 0,05 mL.



**A.1.6 Detector chớp cháy (Tùy chọn)**

Dùng thiết bị cặp nhiệt điện khối lượng thấp để phát hiện điểm chớp cháy. Chớp cháy xuất hiện nếu phát hiện nhiệt độ tăng 6,0 °C trong vòng 100 ms.

**A.1.7 Đồng hồ hẹn giờ**

Bộ đếm thời gian điện tử.

**A.1.8 Dụng cụ đo nhiệt độ**

Dụng cụ đo nhiệt độ điện tử hoặc nhiệt kế với chất lỏng trong thủy tinh có độ chính xác 0,5 °C để đo đến 70,0 °C (Phụ lục A.4).

**A.1.9 Màn hình đánh lửa điện**

Màn hình kim loại để sàng lọc quang học, chỉ cần thiết khi sử dụng môi điện.

**A.2 Kiểm tra xác nhận tính năng của thiết bị**

**A.2.1 Mẫu chuẩn chứng nhận (CRM)**

**A.2.1.1** CRM là sản phẩm ổn định có điểm chớp cháy đặc trưng của phương pháp cụ thể được thiết lập bởi nghiên cứu liên phòng thí nghiệm theo phương pháp cụ thể tuân theo các hướng dẫn báo cáo nghiên cứu ASTM RR:D02-1007 hoặc TCVN ISO IEC 17034 và TCVN 8245 (ISO Guide 35).

**A.2.1.2** Các giá trị điển hình của điểm chớp cháy, được điều chỉnh có tính đến dao động áp suất khí quyển so với 101,3 kPa đối với một số mẫu chuẩn và các giới hạn điển hình của chúng được nêu trong Bảng A.2.1 (xem Chú thích A.2.2). Các nhà cung cấp các CRM sẽ cung cấp các chứng chỉ nêu rõ điểm chớp cháy đặc trưng của phương pháp cụ thể cho từng loại vật liệu của lô sản xuất. Việc tính toán các giới hạn đối với các CRM này hoặc các CRM khác có thể xác định được từ giá trị độ tái lập của các phương pháp thử trong TCVN 6608 (ASTM D3828) và nhân với hệ số 0,7. Giá trị này cung cấp phạm vi bao phủ danh nghĩa ít nhất 90 % với 95 % độ tin cậy.

**Bảng A.2.1 – Giá trị điển hình của điểm chớp cháy và dung sai (Giới hạn có thể chấp nhận được đối với kết quả đơn lẻ)**

Chất	Điểm chớp cháy °C	Độ tái lập [TCVN 6608 (ASTM D3828)], °C	Giới hạn dung sai (0,7R), °C
2-Butanol <sup>A</sup>	20,7	3,3	± 2,3
p-Xylen (1,4-dimethylbenzen) <sup>A</sup>	26,1	3,4	± 2,4
n-Butanol <sup>A</sup>	36,5	3,7	± 2,6
Decan <sup>B</sup>	49,7	4,1	± 2,9
Undecan <sup>B</sup>	65,9	4,6	± 3,2
<sup>A</sup> Giá trị trung bình từ chương trình thử nghiệm liên phòng, xem Báo cáo nghiên cứu IP 523/10. <sup>B</sup> Giá trị trung bình từ chương trình thử nghiệm liên phòng, xem Báo cáo nghiên cứu RR:S15-1010.			

**CHÚ THÍCH A.2.1:** Dữ liệu hỗ trợ cho các nghiên cứu thử nghiệm liên phòng để tạo ra các điểm chớp cháy nêu trong Bảng A.2.1 có thể được tìm thấy trong báo cáo nghiên cứu ASTM RR:S15-1010.

**CHÚ THÍCH A.2.2:** Các chất, độ tinh khiết, giá trị điểm chớp cháy và giới hạn nêu trong Bảng A.2.1 được xây dựng trong các chương trình nghiên cứu thử nghiệm liên phòng để xác định tính phù hợp của việc sử dụng để kiểm tra xác nhận các chất lỏng trong các phương pháp thử điểm chớp cháy. Các chất, độ tinh khiết, giá trị điểm chớp cháy và giới hạn khác có thể thích hợp khi được tạo ra theo ASTM RR:D02-1007 hoặc TCVN ISO IEC 17034 và TCVN 8245 (ISO Guide 35). Cần tham khảo các giấy chứng nhận của các chất đó trước khi sử dụng, vì giá trị điểm chớp cháy sẽ khác nhau phụ thuộc vào thành phần của từng lô CRM.

### **A.2.2 Chuẩn làm việc thứ cấp (SWS)**

**A.2.2.1** SWS là các hydrocacbon bền, tinh khiết hoặc chất khác có thành phần được biết là ổn định đáng kể.

**A.2.2.2** Thiết lập điểm chớp cháy trung bình và các giới hạn kiểm soát thống kê ( $3\sigma$ ) đối với SWS sử dụng các kỹ thuật thống kê tiêu chuẩn (xem ASTM D6299).

## **A.3 Thử nghiệm ở nhiệt độ dưới nhiệt độ môi trường xung quanh đối với thiết bị thủ công không tích hợp thiết bị làm mát cốc thử**

### **A.3.1 Thiết bị sử dụng nhiệt kế thủy tinh-chất lỏng**

**A.3.1.1** Tắt nguồn bộ gia nhiệt cốc thử.

**A.3.1.2** Nếu sử dụng thiết bị thủ công nhiệt kế điện tử, thì thực hiện theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị để đặt nhiệt độ thử nghiệm dưới nhiệt độ môi trường xung quanh yêu cầu.

**A.3.1.3** Khối làm mát có kích thước như trong Hình A.3.1 được làm bằng nhôm và ống được bọc cách nhiệt.

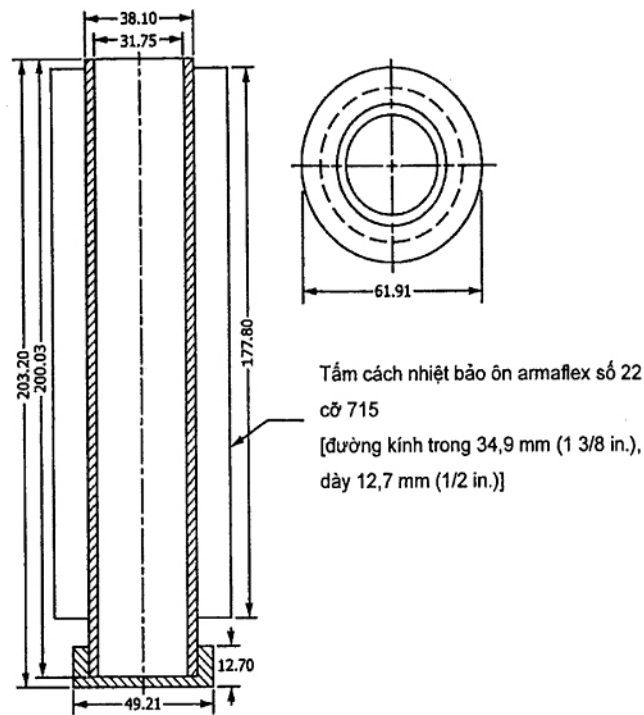
**A.3.2** Đổ đầy khối làm mát đã nạp chất làm lạnh (Hình A.3.1) bằng vật liệu phù hợp. Khi nhiệt độ quy định không thấp hơn  $5^{\circ}\text{C}$ , thì có thể dùng đá vụn và nước làm chất lỏng làm mát. Nếu dưới  $5^{\circ}\text{C}$ , chất lỏng làm mát phù hợp là cacbon dioxit rắn (đá khô) và axeton. Nếu không có sẵn chất làm mát, thì tham khảo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất để biết các phương pháp làm mát thay thế. Nâng nắp lên và đặt đế của khối vào cốc mẫu, cẩn thận không làm hỏng hoặc sút mẻ cốc thử. Khi số đọc của nhiệt kế thấp hơn khoảng  $10^{\circ}\text{C}$  so với nhiệt độ mục tiêu, thì lấy khối làm mát ra và nhanh chóng làm khô cốc thử và khăn giấy lau khô mặt dưới của nắp để loại bỏ hơi ẩm. Đóng kín nắp ngay. Chuẩn bị dùng xyranh để đưa mẫu con vào cốc thử, cả hai đều đã được làm lạnh trước đến nhiệt độ thấp hơn ít nhất  $10^{\circ}\text{C}$  so với nhiệt độ thử nghiệm yêu cầu.

**A.3.3** Điều chỉnh ngọn lửa thử và để nhiệt độ cốc thử tăng lên trong điều kiện môi trường xung quanh cho đến khi đạt được nhiệt độ thử nghiệm yêu cầu. Áp dụng ngay ngọn lửa thử. Theo dõi chặt chẽ sự chớp cháy tại các lỗ mở của nắp.

**CẢNH BÁO** – Axeton cực kỳ dễ cháy. Không để đá khô tiếp xúc với mắt hoặc da.

**CẢNH BÁO** – Nếu sử dụng nhiệt kế thủy tinh-chất lỏng, thì không làm mát khối mẫu dưới điểm đóng

băng của chất lỏng trong nhiệt kế.



Hình A.3.1 – Khối làm mát

A.3.4 Để xác định điểm chớp cháy của vật liệu, thực hiện các phép thử lặp lại với mỗi lần với một mẫu con mới, theo các bước nêu trong 12.1.

#### A.4 Quy định kỹ thuật đối với dụng cụ đo nhiệt độ

##### A.4.1 Quy định chung

A.4.1.1 Khi được đặt vào trong khối, dụng cụ đo nhiệt độ phải được lắp khít để đảm bảo truyền nhiệt tốt giữa khối và thiết bị đo. Nên sử dụng keo truyền nhiệt giữa cảm biến và khối.

##### A.4.2 Loại kỹ thuật số

A.4.2.1 Dải nhiệt độ, – 20 °C đến 70 °C.

A.4.2.2 Độ phân giải màn hình, tốt hơn 0,5 °C.

A.4.2.3 Độ chính xác (sau khi hiệu chuẩn) đáp ứng các yêu cầu của A.1.2.3.

CHÚ THÍCH A.4.1: Các hướng dẫn về các dụng cụ đo nhiệt độ kỹ thuật số được nêu trong ASTM E1137/E1137M và IEC 60751.

##### A.4.3 Nhiệt kế thủy tinh-chất lỏng

A.4.3.1 Xem Bảng A.4.1.

**Bảng A.4.1 – Đặc tính kỹ thuật của nhiệt kế thủy tinh-chất lỏng**

Loại	Dưới số không	Dải thấp
Dải nhiệt độ, °C	– 30 đến 100	0 đến 110
Độ ngập, mm	44	44
Bảng thang đo, °C:		
Vạch chia nhỏ	1	1
Chiều dài vạch chia nhỏ	5	5
số vạch chia nhỏ	10	10
Độ rộng lớn nhất của vạch, mm	0,15	0,15
Sai số thang đo, °C, lớn nhất	0,5	0,5
Buồng dẫn nở	có yêu cầu	có yêu cầu
Tổng độ dài, mm	195 đến 200	195 đến 200
Đường kính ngoài của thân, mm	6 đến 7	6 đến 7
Độ dài bầu đo, mm	10 đến 14	10 đến 14
Đường kính ngoài bầu, mm	4 đến 6	4 đến 6
Vị trí thang đo:		
Đáy của bầu đo tới vạch, °C	– 30	0
Khoảng cách, mm	57 đến 61	48 đến 52
Độ dài của khoảng đo, mm	115 đến 135	115 đến 135

## A.5 Thử nghiệm chất lỏng có độ nhớt cao

**A.5.1** Các vật liệu có độ nhớt cao có thể được cho vào cốc theo quy trình sau:

**A.5.1.1** Dùng xyranh lấy 2 mL mẫu cần thử cho vào cốc thử. Dàn mẫu con càng đều càng tốt trên đáy cốc.

**A.5.1.2** Nếu không thể lấy mẫu con vào xyranh thì sử dụng phương pháp khác để lấy mẫu con vào cốc thử. Có thể dùng thìa có kích thước phù hợp. Đẩy mẫu con từ thìa vào cốc và dàn đều trên đáy cốc.

**A.5.1.3** Nếu mẫu con không kín đáy, thì bịt kín lỗ từ phía trên bằng phương tiện thích hợp.

**A.5.2** Thực hiện theo Điều 12 để xác định điểm chớp cháy.

## A.6 Thử nghiệm các peroxid hữu cơ

**A.6.1** Peroxit hữu cơ có thể được thử nghiệm bằng phương pháp xác định điểm chớp cháy với những sửa đổi nhỏ có tính đến khả năng gây nguy hiểm của các hợp chất này.

**CẢNH BÁO** – Các peroxid hữu cơ là các chất có tính phản ứng cao, dễ bắt lửa và không ổn định nhiệt có thể tự phân hủy nhanh. Chúng cũng có các đặc tính oxy hóa và thường sẽ phản ứng rất mạnh với các chất hữu cơ và các chất khử hóa học. Một số lượng các thành phần chất lỏng hạn chế là các chất

## **TCVN 13924:2023**

lồng có điểm chớp cháy thấp, rất dễ cháy. Tham khảo bảng dữ liệu an toàn thích hợp cho các vật liệu được thử nghiệm để biết thông tin về thiết bị bảo vệ cá nhân thích hợp.

**A.6.1.1** Đặt thiết bị kiểm tra điểm chớp cháy phía sau tấm chắn an toàn trong suốt.

**A.6.1.2** Thực hiện theo quy trình trong 12.2.2, nắp đậy được đóng nhưng không xiết chặt. Giá đỡ ống nghiệm bằng dây lò xo được kẹp vào cần khóa nắp trên nắp để tạo thành tay cầm nổi dài khoảng 12,7 cm. Treo một vật nặng khoảng 100 g vào đầu giá đỡ ống nghiệm. Sự sắp xếp này làm kín hoàn toàn phép thử trong khi cho phép thông hơi peroxit phân hủy nhanh. Khi sử dụng nguồn đánh lửa, điều khiển cửa sập từ xa, có thể dùng kẹp hoặc kim thích hợp.

**Phụ lục B**

(tham khảo)

**Các khuyến nghị khi thử nghiệm điểm chớp cháy****B.1 Quy trình lựa chọn điểm chớp cháy dự kiến (dựa trên ASTM D7236 và IP 534)**

**B.1.1** Kiểm tra độ sạch và hoạt động chính xác của cốc và nắp, đặc biệt là độ kín của nắp (A.1.2.2), hoạt động của cửa sập, kích thước, cường độ và vị trí của nguồn đánh lửa (A.1.3). Làm sạch và điều chỉnh nếu cần (10.4). Đặt nắp vào đúng vị trí và đóng nắp chắc chắn.

**B.1.2** Cài đặt nhiệt độ cốc về 20 °C hoặc nhiệt độ phù hợp khác theo yêu cầu.

**B.1.3** Khi cốc thử đã ở nhiệt độ yêu cầu, dùng xyranh khô và sạch (A.1.5) lấy 2 mL mẫu con. Đóng ngay nắp hộp đựng mẫu sau khi rút mẫu con để giảm thiểu thất thoát các thành phần dễ bay hơi.

**B.1.4** Cẩn thận chuyển mẫu con vào cốc thử bằng cách nhấn hoàn toàn pít-tông của xyranh. Tháo xyranh.

**B.1.5** Nếu sử dụng thiết bị đánh lửa bằng khí, thì đốt cháy ngọn lửa thử và ngọn lửa môi, đồng thời điều chỉnh ngọn lửa thử cho phù hợp với kích thước của vòng đo 4 mm. Cài đặt lại detector chớp cháy (A.1.6). Bắt đầu thử nghiệm.

**B.1.6 Quy trình tăng nhiệt độ**

**B.1.6.1** Đối với thiết bị tự động có thể tự động áp dụng tốc độ tăng, thực hiện B.1.6.2. Đối với thiết bị thủ công, thực hiện B.1.6.3.

**B.1.6.2 Thiết bị tự động**

**B.1.6.2.1** Cốc thử được gia nhiệt tự động với tốc độ tăng nhiệt 2 °C/min theo chỉ báo bởi cảm biến nhiệt độ, hoặc tốc độ khác theo yêu cầu.

**B.1.6.2.2** Nhúng nguồn đánh lửa vào cốc thử khi cửa sập từ từ mở và đóng đều trong khoảng thời gian từ 2 s đến 3 s với các khoảng 1 °C cho đến khi quan sát được chớp cháy đạt đến 70 °C, hoặc đạt đến nhiệt độ 30 °C cao hơn so với lúc bắt đầu. Nếu không quan sát thấy chớp cháy, thì lặp lại quy trình sàng lọc ở nhiệt độ mới với mẫu con mới.

**B.1.6.3 Thiết bị thủ công**

**B.1.6.3.1** Nhúng nguồn đánh lửa vào cốc thử khi cửa sập từ từ mở và đóng trong khoảng thời gian từ 2 s đến 3 s.

**B.1.6.3.2** Tăng nhiệt độ cốc thêm 2 °C hoặc khoảng nhiệt độ khác theo yêu cầu và để nhiệt độ ổn định.

**B.1.6.3.3** Lặp lại B.1.6.3.1 và B.1.6.3.2 cho đến khi quan sát thấy chớp cháy, đạt đến 70 °C hoặc đạt đến nhiệt độ 30 °C cao hơn so với nhiệt độ bắt đầu. Nếu không quan sát thấy chớp cháy, lặp lại quy trình sàng lọc ở nhiệt độ mới cao hơn với mẫu con mới.

**B.1.6.4** Quan sát hai lần nhúng đầu tiên của ngọn lửa để đốt cháy liên tục trong lỗ mở. Nếu ngọn lửa liên tục cháy trong lỗ khi mở nắp trượt và đưa ngọn lửa thử vào, thì điểm chớp cháy thấp hơn đáng kể so với nhiệt độ thử. Trong những trường hợp này, dùng phép thử và lặp lại phép thử với mẫu con mới, sử dụng nhiệt độ ban đầu thấp hơn, nếu có thể.

**B.1.6.5** Việc sử dụng ngọn lửa thử có thể gây ra quảng sáng màu xanh hoặc ngọn lửa lan rộng trước điểm chớp cháy thực tế. Đây không phải là chớp cháy và phải bỏ qua detector chớp cháy.

**B.1.7** Ghi lại nhiệt độ mà ở đó áp dụng nguồn đánh lửa gây ra chớp cháy được tự động phát hiện là điểm chớp cháy dự kiến. Nếu không có chớp cháy nào xảy ra, thì báo cáo là "không có chớp cháy".

CHÚ THÍCH B.1.2: Điểm chớp cháy dự kiến theo quy trình này được coi là gần đúng.

## **B.2 Hiện tượng che lấp điểm chớp cháy**

**B.2.1** Trạng thái trong quá trình thử nghiệm điểm chớp cháy có thể xảy ra với một số hỗn hợp nhất định, theo đó thành phần không bắt lửa của mẫu có xu hướng làm trở không gian hơi phía trên chất lỏng, do đó ngăn chặn sự chớp cháy. Trong điều kiện này, điểm chớp cháy của vật liệu bị che lấp, dẫn đến việc báo cáo không chính điểm chớp cháy cao xác hoặc không có điểm chớp cháy.

**B.2.2** Hiện tượng che lấp điểm chớp cháy này thường xảy ra nhiều nhất với các chất lỏng dễ cháy có chứa một số hydrocacbon halogen hóa như diclometan (metylen clorua) và tricloetylen.

**B.2.3** Trong điều kiện này, không quan sát thấy chớp cháy rõ của các phương pháp thử nghiệm này. Thay vào đó, có sự lan rộng đáng kể của ngọn lửa thử và quan sát được sự đổi màu của ngọn lửa từ xanh lam thành màu vàng cam.

**B.2.4** Trong điều kiện này, việc tiếp tục gia nhiệt và thử nghiệm điểm chớp cháy ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ môi trường xung quanh làm cháy hơi dễ bắt lửa lan ra phía ngoài cốc thử, thường ở trên ngọn lửa thử. Điều này có thể dẫn đến nguy cơ hỏa hoạn tiềm ẩn nếu không được nhận ra.

**B.2.5** Khuyến nghị khi gặp phải tình trạng này trong quá trình thử nghiệm điểm chớp cháy của các loại vật liệu, thì cần dừng thử nghiệm.

**B.2.6** Có thể tham khảo thêm các chú thích dẫn giải về phép thử điểm chớp cháy và tính dễ cháy của hỗn hợp trong ASTM E502.

## **B.3 Thử nghiệm điểm chớp cháy và khả năng cháy của hỗn hợp**

**B.3.1** Mặc dù điểm chớp cháy có thể được sử dụng để biểu thị tính dễ cháy của chất lỏng cho một số mục đích sử dụng nhất định, nhưng điểm chớp cháy không biểu thị nhiệt độ tối thiểu mà tại đó vật liệu có thể tạo ra hơi dễ cháy.

**B.3.2** Có những trường hợp với vật liệu tinh khiết, trong đó việc không có điểm chớp cháy không đảm bảo rằng không bị bắt lửa. Bao gồm trong danh mục này là các vật liệu yêu cầu đường kính lớn để lan rộng chớp cháy, như tricloetylen. Vật liệu này sẽ không lan rộng ngọn lửa trong thiết bị có kích thước

bằng thiết bị thử nghiệm điểm chớp cháy; tuy nhiên, hơi của nó dễ bắt lửa và sẽ cháy khi đốt trong thiết bị có kích thước phù hợp.

**B.3.3** Khi chất lỏng chứa các thành phần dễ cháy và không cháy, đó là các trường hợp chất lỏng này có thể tạo ra hơi dễ bắt lửa trong một số điều kiện nhất định và sẽ không cho thấy điểm chớp cháy trong cốc kín. Hiện tượng này được ghi nhận khi thành phần không bắt lửa dễ bay hơi và có mặt với lượng đủ để làm trơ không gian hơi của cốc kín, do đó ngăn chặn sự chớp cháy. Ngoài ra, có một số trường hợp nhất định trong đó một lượng đáng kể thành phần không cháy có trong hơi và vật liệu sẽ không cho thấy điểm chớp cháy.

**B.3.4** Chất lỏng chứa thành phần hoặc tạp chất dễ bay hơi, không bắt lửa, không cho thấy điểm chớp cháy do ảnh hưởng của vật liệu không bắt lửa, có thể tạo thành hỗn hợp dễ cháy nếu bốc hơi hoàn toàn trong không khí theo tỷ lệ thích hợp.

## **B.4 Thông tin bổ sung cho đơn vị không phải hệ SI**

### **B.4.1 Quy đổi đơn vị**

**B.4.1.1** 760,000 mmHg = 101,325 kPa.

**B.4.1.2** 1,000 kPa = 7,501 mmHg.

**B.4.1.3** 1,00 mmHg = 0,133 kPa.

**B.4.1.4** °F = (°C × 1,8) + 32.

**B.4.1.5** °C = (°F – 32) × 0,556.

### **B.4.2 Công thức**

Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh (°F) =  $F + 0,45 (101,3 - B)$  (B.4.1)

Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh (°C) =  $C + 0,25 (101,3 - B)$  (B.4.2)

Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh (°F) =  $F + 0,06 (760 - P)$  (B.4.3)

Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh (°C) =  $C + 0,03 (760 - P)$  (B.4.4)

Trong đó

- B* áp suất môi trường xung quanh theo kPa,
- P* áp suất môi trường xung quanh theo mmHg,
- C* điểm chớp cháy được phát hiện theo °C, và
- F* điểm chớp cháy được phát hiện theo °F

## **B.5 Độ lặp lại của chất thải lỏng**

**B.5.1** Các thử nghiệm đã được thực hiện để xác định độ lặp lại của các phép xác định điểm chớp cháy



bằng cốc kín cỡ nhỏ Setaflash và Pensky-Martens sử dụng các hỗn hợp chất thải lỏng thay thế khác nhau. Không có các chất chuẩn tham chiếu đối với chất thải lỏng. Các mẫu được thử nghiệm đại diện cho các chất thải lỏng điển hình. Các chất thải lỏng thay thế một pha và nhiều pha được sản xuất từ các hóa chất loại thí nghiệm như trong Bảng B.5.1. Trong trường hợp chất lỏng nhiều pha, việc tách các pha không thể trộn lẫn (tức là pha hữu cơ và pha nước) đã được thực hiện trước khi thử nghiệm. Kết quả được nêu trong Bảng B.5.2 và Bảng B.5.3. Độ lặp lại được tính bằng cách nhân độ lệch chuẩn của dữ liệu với 2,77 như được xác định trong ASTM D6299.

**Bảng B.5.1 – Mẫu chuẩn, các mô tả tương ứng và số pha**

Mẫu	Các thành phần và tỉ lệ thể tích	Pha
X50B50	50 % Xylenes, 50 % Butan-1-ol	1
B60D40	60 % Butan-1-ol, 40 % <i>n</i> -Decan	1
D70U30	70 % <i>n</i> -Decan, 30 % <i>n</i> -Undecan	1
A10H90	10 % Axeton, 90 % <i>n</i> -Heptan	1
Nhiều pha	50 % Diesel, 47,5 % nước, 2,5 % Axeton	2

**Bảng B.5.2 – Kết quả điểm chớp cháy – Thiết bị thử điểm chớp cháy cốc kín cỡ nhỏ Setaflash**

Mẫu	Một pha			Nhiều pha	
	A10H90	X50B50	D70U30	Lớp hữu cơ	Lớp nước
Điểm chớp cháy, °C	-21,5	24,5	52,5	32,5	33,5
	-20,5	24,0	52,5	30,5	32,0
	-22,5	24,0	53,5	31,5	33,0
	-22,5	24,0	53,0	30,5	32,0
	-22,0	23,5	52,5	31,0	32,0
	-22,0	24,5	52,5	31,5	32,0
	-21,0	24,5	52,5	29,5	32,0
	-20,0	24,0	53,0	31,0	32,0
	-21,0	24,0	53,0	31,0	32,5
	-21,0	24,0	53,0	31,5	32,0
Trung bình	-21,4	24,1	52,8	31,1	32,3
Độ lặp lại	2,34	0,88	0,97	2,21	1,49