

TCVN 7485 : 2005

ASTM D 56-02a

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM DẦU MỎ -
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHỚP CHÁY
BẰNG THIẾT BỊ THỬ CỐC KÍN TAG**

Petroleum products – Test method for flash point by Tag closed cup tester

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 7485 : 2005 hoàn toàn tương đương ASTM D 56 - 02a.

TCVN 7485 : 2005 do Tiểu ban kỹ thuật TCVN/TC28/SC4 *Nhiên liệu hàng không* biên soạn, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại Khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Lời giới thiệu

Để bảo đảm độ chính xác chấp nhận được, phương pháp xác định điểm chớp cháy này sử dụng tốc độ tăng nhiệt độ của nhiên liệu khi thử. Tốc độ gia nhiệt nhanh có thể không cho kết quả chính xác trong mọi trường hợp do bản chất dẫn nhiệt kém của một số nhiên liệu thử. Để giúp việc dự đoán khả năng cháy của nhiên liệu, phương pháp thử ASTM D 3941 sử dụng tốc độ gia nhiệt chậm hơn. Phương pháp thử ASTM D 3941 sử dụng điều kiện sát hơn so với điều kiện cân bằng khi hơi trên bề mặt chất lỏng và bản thân chất lỏng được giữ ở cùng một nhiệt độ. Nếu tiêu chuẩn Yêu cầu kỹ thuật quy định phương pháp thử theo TCVN 7485 : 2005 (ASTM D 56), thì không được đổi sang sử dụng phương pháp ASTM D 3941 hoặc phương pháp khác nếu không được sự chấp thuận của cơ quan có thẩm quyền.

Giá trị xác định được của điểm chớp cháy phụ thuộc vào thiết kế của thiết bị thử, điều kiện sử dụng đối với thiết bị và quy trình thử. Vì vậy điểm chớp cháy chỉ có thể xác định trên cơ sở tiêu chuẩn phương pháp thử và không có giá trị hiệu chỉnh nào được bảo đảm giữa các kết quả xác định theo các phương pháp thử khác nhau hoặc trên thiết bị thử khác với thiết bị đã quy định.

Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm chớp cháy bằng thiết bị thử cốc kín Tag

Petroleum products – Test method for flash point by Tag closed cup tester

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định điểm chớp cháy bằng thiết bị thử cốc kín Tag loại thủ công hoặc tự động cho các chất lỏng có độ nhớt nhỏ hơn $5,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cSt) ở nhiệt độ $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ($104 \text{ }^\circ\text{F}$), hoặc nhỏ hơn $9,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cSt) ở $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ($77 \text{ }^\circ\text{F}$) và có điểm chớp cháy nhỏ hơn $93 \text{ }^\circ\text{C}$ ($200 \text{ }^\circ\text{F}$).

1.1.1 Có thể sử dụng phương pháp thử ASTM D 93 để xác định điểm chớp cháy cốc kín đối với các loại chất lỏng có độ nhớt bằng hoặc lớn hơn $5,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cSt) ở $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ($104 \text{ }^\circ\text{F}$); bằng hoặc lớn hơn $9,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cSt) ở $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ($77 \text{ }^\circ\text{F}$) và điểm chớp cháy bằng hoặc lớn hơn $93 \text{ }^\circ\text{C}$ ($200 \text{ }^\circ\text{F}$) do khuynh hướng tạo màng hoặc có chứa các cặn rắn lơ lửng khi thử theo phương pháp cốc kín này.

1.1.2 Sử dụng phương pháp ASTM D 1310 và ASTM D 3143 đối với hỗn hợp atphan với các phân đoạn chưng cất khác (cutback asphalts).

CHÚ THÍCH 1: Bộ Giao thông (RSTA) và Bộ Lao động Mỹ (OSHA) đã xác định là các loại chất lỏng có độ nhớt nhỏ hơn $5,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cSt) ở nhiệt độ $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ($104 \text{ }^\circ\text{F}$), bằng hoặc nhỏ hơn $9,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ (cSt) ở nhiệt độ $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ($77 \text{ }^\circ\text{F}$) hoặc không chứa các cặn không tan và không có xu hướng tạo màng trong điều kiện thử nghiệm theo phương pháp này được coi là dễ bắt cháy khi có điểm chớp cháy được xác định dưới $37,8 \text{ }^\circ\text{C}$ ($100 \text{ }^\circ\text{F}$). Cách phân loại khác đối với điểm chớp cháy cũng được các cơ quan nêu trên thiết lập khi sử dụng phương pháp thử này.

1.2 Phương pháp thử này có thể sử dụng để xác định đặc tính của vật liệu, sản phẩm hay hỗn hợp khi tiếp xúc với nhiệt và lửa trong các điều kiện phòng thí nghiệm được kiểm soát nhưng không sử dụng cho mục đích miêu tả hoặc đánh giá nguy cơ cháy và tính nguy hiểm do cháy của chúng trong điều kiện sử dụng thực tế. Tuy vậy, kết quả thử nghiệm theo phương pháp này có thể sử

TCVN 7485 : 2005

dụng như một yếu tố trong tổng thể các yếu tố cần thiết trong việc đánh giá nguy cơ cháy và tính nguy hại khi cháy trong điều kiện sử dụng cụ thể.

1.3 Các tiêu chuẩn phương pháp thử liên quan là ASTM D 93, D 1310, TCVN 6608 : 2000 (ASTM D 3828-93), D 3278 và D 3941.

1.4 Các giá trị tính theo đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị ghi trong ngoặc đơn chỉ dùng để tham khảo.

1.5 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng. Những quy định cụ thể về nguy hiểm xem 8.2 và 8.3 và tham khảo tờ giới thiệu thông tin về an toàn của vật liệu (MSDS).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 6608 : 2000 (ASTM D 3828-93) Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm chớp cháy cốc kín có thang chia nhỏ.

TCVN 6777 : 2000 (ASTM D 4057-95) Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.

ASTM D 93 Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester (Phương pháp xác định điểm chớp cháy bằng thiết bị thử cốc kín Pensky-Martens).

ASTM D 1310 Test Method for Flash Point and Fire Points of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus (Phương pháp xác định điểm chớp cháy và điểm cháy của nhiên liệu bằng thiết bị cốc hở Tag).

ASTM D 3143 Test Method for Flash Point of Cutback Asphalt with Tag Open-Cup Apparatus (Phương pháp xác định điểm chớp cháy của hỗn hợp asphalt với các phân đoạn chưng cất khác bằng thiết bị cốc hở Tag).

ASTM D 3278 Test Methods for Flash Point of Liquids by Small Scale Closed-Cup Apparatus (Phương pháp xác định điểm chớp cháy của nhiên liệu lỏng bằng thiết bị cốc kín có thang chia nhỏ).

ASTM D 3941 Test Method for Flash Point by the Equilibrium Method with a Closed-Cup Apparatus (Phương pháp xác định điểm chớp cháy bằng phương pháp cân bằng với thiết bị cốc kín).

ASTM D 6300 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants (Phương pháp xác định các số liệu về độ chụm và độ lệch sử dụng trong các phương pháp thử sản phẩm dầu mỏ và dầu nhờn).

ASTM E 1 Specification for ASTM Thermometers (Qui định kỹ thuật đối với nhiệt kế ASTM).

ASTM E 502 Test Method for Selection and Use of ASTM Standards for the Determination of Flash Point of Chemicals by Closed Cup Methods (Phương pháp lựa chọn và sử dụng các tiêu chuẩn ASTM để xác định điểm chớp cháy của các hoá chất bằng phương pháp cốc kín).

ISO Guide 34 Quality Systems Guidelines for the Production of Reference Materials (Hướng dẫn ISO 34 Các hướng dẫn của hệ thống chất lượng về việc sản xuất các chất chuẩn).

ISO Guide 35 Certification of Reference Materials – General and Statistical Principles (Hướng dẫn ISO 35 Chứng nhận phù hợp các chất chuẩn – Qui định chung và các nguyên tắc thống kê).

3 Thuật ngữ

3.1 Định nghĩa

3.1.1

Điểm chớp cháy (flash point)

Nhiệt độ thấp nhất đã được hiệu chỉnh về áp suất 101,3 kPa (760 mm Hg), tại nhiệt độ này tác động của ngọn lửa mỗi làm hơi của mẫu bùng cháy dưới điều kiện xác định của phép thử.

3.1.1.1 *Giải thích* – Mẫu thử được cho là chớp cháy khi xuất hiện ngọn lửa mỗi và ngay lập tức tự nó lan trên toàn bộ bề mặt của chất lỏng.

3.1.1.2 *Giải thích* – Khi nguồn gây cháy là ngọn lửa thì khi đưa ngọn lửa đó vào có thể tạo quang sáng màu xanh dương hoặc ngọn lửa lan rộng, trước khi xảy ra sự chớp cháy thực. Đây không phải là sự chớp cháy và cần phải bỏ qua.

3.2 Định nghĩa các thuật ngữ riêng đối với tiêu chuẩn này

3.2.1

Không cân bằng động học [dynamic (non-equilibrium)]

Với loại thiết bị xác định điểm chớp cháy này, pha hơi ở phía trên mẫu thử và của bản thân mẫu thử không ở cùng một nhiệt độ tại thời điểm có tác động của nguồn gây cháy.

3.2.1.1 *Giải thích* – Tình trạng này chủ yếu xảy ra do mẫu thử được gia nhiệt với tốc độ không đổi trong khi nhiệt độ của pha hơi tăng chậm hơn nhiệt độ của mẫu thử. Nói chung nhiệt độ chớp cháy xác định thường nằm trong độ tái lập của phương pháp này.

3.2.2

Cân bằng (equilibrium)

Với thiết bị xác định điểm chớp cháy hoặc phương pháp thử thuộc loại này, hơi của mẫu và mẫu thử ở cùng một nhiệt độ tại thời điểm áp dụng nguồn gây cháy.

3.2.2.1 *Giải thích* – Điều kiện này có thể không có trong thực tế vì nhiệt độ thường không hoàn toàn đồng đều trong cả khối mẫu thử và vỏ thiết bị cũng như cửa sập thường nguội hơn.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Cho mẫu thử vào trong cốc của thiết bị thử có nắp đậy kín và được gia nhiệt với tốc độ chậm không đổi. Ngọn lửa mỗi được đưa thẳng vào cốc tại các khoảng thời gian cách nhau đều đặn. Điểm chớp cháy được ghi nhận là nhiệt độ thấp nhất mà ở nhiệt độ này khi có tác động của ngọn lửa mỗi, pha hơi ở phía trên mẫu trong cốc thử phát cháy.

5 Ý nghĩa và ứng dụng

5.1 Điểm chớp cháy đánh giá khuynh hướng của mẫu thử cùng với không khí tạo hỗn hợp dễ bắt cháy với không khí trong điều kiện của phòng thử nghiệm. Đây chỉ là một trong nhiều đặc tính cần phải xem xét khi đánh giá tổng thể nguy cơ gây cháy của vật liệu.

5.2 Điểm chớp cháy được sử dụng trong các quy định về vận chuyển hàng hải và an toàn để xác định các loại vật liệu dễ cháy và có thể gây cháy. Cần tham khảo thêm quy định cụ thể để phân biệt chính xác các loại vật liệu này.

5.3 Điểm chớp cháy giúp để nhận biết sự hiện diện của các nhiên liệu có tính bay hơi cao và dễ bốc cháy trong các loại nhiên liệu được đánh giá chung là không bay hơi hoặc không dễ bắt cháy. Ví dụ, điểm chớp cháy thấp bất thường của mẫu dầu hỏa cho thấy mẫu có thể bị nhiễm xăng.

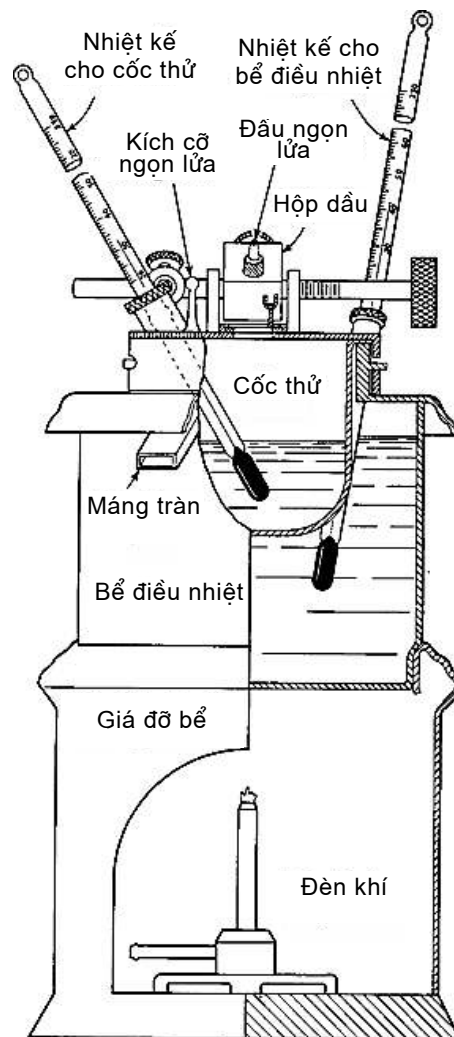
6 Thiết bị (thủ công)

6.1 Thiết bị thử cốc kín Tag – Xem Hình 1 và các mô tả chi tiết trong Phụ lục A.1.

6.2 Tấm chắn – Nên sử dụng tấm chắn có kích thước mỗi cạnh 460 mm và cao 610 mm, mở từ phía trước.

6.3 Nhiệt kế – Sử dụng một trong các loại nhiệt kế được nêu trong Bảng 1 khi đo nhiệt độ trong cốc thử. Đối với bể điều nhiệt có thể sử dụng bất cứ loại nhiệt kế thông dụng nào có khoảng nhiệt độ đo phù hợp; thông thường nên sử dụng cùng loại nhiệt kế để đo nhiệt độ trong cốc thử.

CHÚ THÍCH 2: Nếu không có loại nhiệt kế phù hợp với yêu cầu thì có thể sử dụng các loại nhiệt kế tương đương.



Hình 1 – Thiết bị thử chập cháy cốc kín Tag (thủ công)

Bảng 1 - Nhiệt kế

Dùng cho thử nghiệm	Dưới 4 °C (40 °F)	từ 4 °C đến 49 °C (40 °F đến 120 °F)	trên 49 °C (120 °F)
Sử dụng nhiệt kế ASTM ^A	57C hoặc 57F	9C hoặc (9F) 57C hoặc (57F)	9C hoặc (9F)

^A Yêu cầu kỹ thuật đối với các loại nhiệt kế nói trên được nêu trong ASTM E 1.

7 Lấy mẫu

7.1 Nếu không chú ý ngăn ngừa sự thất thoát của các thành phần bay hơi, kết quả sẽ bị sai và có điểm chớp cháy cao hơn. Không nên mở bình chứa mẫu nếu không cần thiết để tránh bị mất thành phần bay hơi và làm mẫu có khả năng bị nhiễm ẩm.

Chỉ được phép chuyển mẫu khi nhiệt độ của mẫu thấp hơn ít nhất là 10 °C (18 °F) so với điểm chớp cháy theo dự đoán. Nếu có thể, việc xác định điểm chớp cháy sẽ là thử nghiệm đầu tiên được tiến hành trên mẫu thử và mẫu phải luôn được lưu giữ ở nhiệt độ thấp.

7.2 Không được lưu giữ mẫu trong các loại bình chứa có thể thẩm thấu khí do thành phần bay hơi trong mẫu thẩm thấu qua thành của bình chứa. Các mẫu chứa trong bình chứa bị rò rỉ là không tin cậy và kết quả thử trên các mẫu này là không có giá trị.

7.3 Sử dụng ít nhất 50 ml mẫu cho mỗi lần thử nghiệm theo phương pháp này. Tham khảo các thông tin về lấy mẫu trong TCVN 6777 : 2000 (ASTM D 4057).

8 Chuẩn bị thiết bị thử (Thủ công)

8.1 Đặt thiết bị thử thủ công trên nền chắc chắn ví dụ như mặt bàn. Trừ khi phép thử được tiến hành trong phòng hoặc buồng được thiết kế không có sự đối lưu của không khí, nếu không, phải che chắn ba mặt của thiết bị thử bằng tấm chắn để tránh các luồng khí đối lưu. Không được tiến hành thử nghiệm trong tủ hút hoặc gần hệ thống thông gió.

8.2 Có thể dùng khí đốt thiên nhiên, khí đốt đóng chai và hệ thống đánh lửa điện làm ngọn lửa môi. (**Cảnh báo** – Áp suất khí đốt sử dụng cho thiết bị thử nghiệm không được vượt quá 3 kPa (12 in.) của áp suất nước).

8.3 Khi xác định điểm chớp cháy thấp hơn 13 °C (55 °F) hoặc cao hơn 60 °C (140 °F) sử dụng hỗn hợp 1 + 1 của nước và etylen glycol (**Cảnh báo** – Etylen glycol – là chất độc. Gây tác hại

nghiêm trọng nếu nuốt phải. Hơi của etylen glycol cũng độc. Tránh tiếp xúc với da). Khi xác định điểm chớp cháy từ 13 °C (55 °F) đến 60 °C (140 °F), có thể sử dụng nước hay hỗn hợp của nước và glycol cho bể điều nhiệt. Nhiệt độ chất lỏng trong bể phải thấp hơn nhiệt độ chớp cháy theo dự đoán ít nhất là 10 °C (18 °F) khi đưa (rót) mẫu vào cốc thử. Không làm lạnh dung dịch trong bể bằng cách cho tiếp xúc trực tiếp với băng khô (khí CO₂ - cacbon dioxit ở dạng rắn).

CHÚ THÍCH 3: Có thể khó duy trì tốc độ tăng nhiệt độ theo quy trình đã định trước do sự đóng băng trên nắp đây, các kết quả thử nghiệm bằng phương pháp này có thể là không tin cậy đối với các loại mẫu có nhiệt độ chớp cháy thấp hơn 0 °C (32 °F). Có thể giảm thiểu hiện tượng đóng băng trên nắp cốc thử bằng cách bôi cẩn thận cửa sập bằng mỡ bôi trơn chân không cao gốc silicon.

8.4 Kiểm tra tính năng vận hành của thiết bị thủ công (hoặc thiết bị thử tự động theo 11.2.3) ít nhất một lần một năm bằng cách xác định điểm chớp cháy của mẫu chuẩn đã được chứng nhận (CRM) có điểm chớp cháy chuẩn gần với khoảng nhiệt độ chớp cháy dự kiến của mẫu thử, ví dụ có thể chọn trong các loại mẫu chuẩn được nêu trong Phụ lục A.2. Vật liệu phải được thử theo quy trình của phương pháp này và điểm chớp cháy xác định được theo 9.5 phải được hiệu chỉnh về áp suất khí quyển (xem điều 13). Điểm chớp cháy xác định được phải nằm trong giới hạn nêu trong Bảng A.2.1 cho chất chuẩn CRM đã nêu hoặc nằm trong giới hạn đã được tính toán cho các chất chuẩn CRM chưa được nêu (xem Phụ lục A.2).

8.5 Khi tính năng vận hành của thiết bị đo đã được kiểm tra, điểm chớp cháy của chuẩn công tác thứ cấp (SWS) có thể được xác định theo luôn và giá trị đo phải nằm trong giới hạn kiểm soát theo quy định. Các chuẩn công tác thứ cấp này sử dụng cho việc kiểm tra thường xuyên đối với tính năng vận hành của thiết bị (xem Phụ lục A.2).

8.6 Khi điểm chớp cháy xác định được không nằm trong giới hạn nêu tại 8.4 hoặc 8.5, kiểm tra lại các điều kiện thử nghiệm và vận hành của thiết bị để bảo đảm phù hợp theo các điều nêu trong Phụ lục A.1, đặc biệt cần lưu ý đến độ kín của nắp đây (xem A.1.1.3), hoạt động của cửa sập, vị trí của đầu ngọn lửa môi (xem A.1.1.3.3), vị trí và góc nghiêng của dụng cụ đo nhiệt độ (xem A.1.1.3.4). Sau mỗi lần chỉnh phải lặp lại thử nghiệm theo 8.4 với mẫu thử mới và chú ý thực hiện đúng các chi tiết của quy trình đã nêu trong phương pháp thử này.

9 Cách tiến hành (Thủ công)

9.1 Dùng ống đong có chia độ lấy 50 ml ± 0,5 ml mẫu cho vào cốc thử thật cẩn thận sao cho không làm ướt thành cốc trên mực chất lỏng, nếu cần cả mẫu thử và ống đong đều được làm lạnh sơ bộ, sao cho nhiệt độ của mẫu khi bắt đầu thử là 27 °C ± 5 °C (80 °F ± 10 °F) hay ít nhất là thấp hơn 10 °C (18 °F) so với nhiệt độ chớp cháy dự kiến, chọn mức nhiệt độ thấp hơn trong hai giá trị trên. Điều cần thiết là giữ nhiệt độ của mẫu thấp hơn ít nhất là 10 °C (18 °F) so với nhiệt độ chớp

cháy trong suốt quá trình chuyển mẫu từ bình chứa mẫu vào ống đong và từ ống đong vào cốc thử. Loại bỏ bọt khí trên bề mặt của mẫu thử bằng mũi dao nhọn hay dụng cụ thích hợp khác. Lau mặt trong của nắp bằng khăn vải sạch hoặc giấy mềm; sau đó đậy nắp cốc cùng với nhiệt kế ở vị trí đo và đặt vào ổ đỡ của bể.

9.2 Đốt ngọn lửa thử, điều chỉnh độ cao ngọn lửa bằng núm nhỏ trên nắp. Sử dụng cơ cấu đưa ngọn lửa môi vào vùng hơi trong cốc thử và ngay lập tức lấy ngọn lửa ra. Thời gian để thực hiện các động tác này vào khoảng 1 s, sao cho khoảng thời gian đưa ngọn lửa môi vào và lấy ra là tương đương nhau. Cần tránh động tác chần chừ khi đưa ngọn lửa vào cũng như khi lấy ra khỏi cốc thử. Nếu chớp cháy xuất hiện ngay khi bắt đầu vận hành cơ cấu môi lửa, loại bỏ phép thử cũng như kết quả. Trong trường hợp này, sử dụng mẫu mới và làm lạnh mẫu thêm 10 °C (18 °F) so với nhiệt độ khởi động của mẫu đã chọn ở lần thử trước.

9.2.1 Cần cẩn thận thao tác khi sử dụng ngọn lửa môi, nếu ngọn lửa bị tắt sẽ không thể môi cháy mẫu và lượng khí không cháy trộn vào pha hơi của mẫu trong cốc thử sẽ làm ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm. Khi ngọn lửa môi bị tắt cần lập tức loại bỏ phép thử và kết quả.

9.3 Điểm chớp cháy thấp hơn 60 °C (140 °F) – Khi biết trước là điểm chớp cháy của mẫu thấp hơn 60 °C (140 °F), điều chỉnh sao cho tốc độ tăng nhiệt độ của mẫu trong cốc vào khoảng 1 °C (2 °F)/min ± 6 s. Khi nhiệt độ của mẫu trong cốc thử đạt đến nhiệt độ thấp hơn 5 °C (10 °F) so với nhiệt độ chớp cháy dự kiến, đưa ngọn lửa môi vào theo cách đã mô tả tại 9.2 và lặp lại thao tác khi nhiệt độ của mẫu tăng từng 0,5 °C (1 °F).

9.4 Điểm chớp cháy từ 60 °C (140 °F) và cao hơn – Nếu biết trước điểm chớp cháy của mẫu là từ 60 °C (140 °F) trở lên, điều chỉnh sao cho tốc độ tăng nhiệt độ của mẫu trong cốc vào khoảng 3 °C (5 °F)/min ± 6 s. Khi nhiệt độ của mẫu trong cốc thử đạt đến nhiệt độ thấp hơn 5 °C (10 °F) so với nhiệt độ chớp cháy dự kiến, đưa ngọn lửa môi vào theo 9.2 và lặp lại khi nhiệt độ của mẫu tăng từng 1 °C (2 °F).

9.5 Khi đưa ngọn lửa môi gây chớp cháy rõ rệt bên trong cốc thử như đã mô tả tại 3.1.1, quan sát và ghi lại nhiệt độ của mẫu, đó chính là điểm chớp cháy. Không nên nhầm lẫn sự chớp cháy với quang sáng xanh thường xuất hiện quanh ngọn lửa môi ngay trước khi xuất hiện sự chớp cháy. (**Cảnh báo** – Đối với một số hợp chất có chứa hydrocacbon halogen hóa như: metylen clorua hay tricloetylen, sẽ không quan sát thấy sự chớp cháy rõ rệt xuất hiện như đã mô tả. Thay vào đó ngọn lửa môi lan rộng rõ rệt (không phải hiệu ứng quang sáng) và xuất hiện sự thay đổi màu của ngọn lửa từ xanh dương chuyển sang vàng – da cam. Nếu tiếp tục gia nhiệt và thử nghiệm mẫu ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ xung quanh sẽ làm cho lượng hơi bên ngoài cốc thử phát cháy và tiềm ẩn nguy cơ gây hỏa hoạn. Xem thêm thông tin tại Phụ lục B.1 và B.2).

9.6 Kết thúc thử nghiệm, tắt nguồn gia nhiệt. Mở nắp và lau sạch bầu thủy ngân của nhiệt kế. Lấy cốc thử ra, đổ mẫu vào nơi quy định và lau khô cốc thử.

9.7 Nếu tại bất cứ thời điểm nào trong khoảng thời gian từ khi bắt đầu đưa ngọn lửa môi vào trong cốc cho đến khi quan sát thấy sự chớp cháy xảy ra, tốc độ tăng nhiệt độ của mẫu không nằm trong khoảng giá trị qui định, phải dừng thử nghiệm, loại bỏ kết quả và tiến hành thử lại với nguồn gia nhiệt được điều chỉnh để bảo đảm tốc độ tăng nhiệt độ thích hợp, hoặc sử dụng “điểm chớp cháy dự kiến” đã được cập nhật hoặc sử dụng cả hai cách nếu cần thiết.

9.8 Không bao giờ làm lại thử nghiệm trên lượng mẫu thử cũ; luôn luôn sử dụng mẫu mới cho mỗi lần thử.

10 Thiết bị thử (Tự động)

10.1 Thiết bị xác định điểm chớp cháy tự động được sử dụng là loại thiết bị có khả năng thực hiện phép thử theo quy trình nêu tại điều 9 – Cách tiến hành (Thủ công). Thiết bị có thể sử dụng ngọn lửa môi bằng khí đốt hoặc tia lửa điện. Kích thước của cốc thử và nắp theo Hình A.1.1 và A.1.2.

10.2 Các mẫu có nhiệt độ chớp cháy thấp có thể cần nguồn làm lạnh cho vùng gia nhiệt.

11 Chuẩn bị thiết bị thử (Tự động)

11.1 Đặt thiết bị trên mặt phẳng vững chắc và cân bằng, ví dụ mặt bàn. Trừ khi thử nghiệm được tiến hành trong phòng hoặc khu vực thiết kế không có đối lưu không khí, theo kinh nghiệm (không bắt buộc) nên che chắn thiết bị thử nghiệm để tránh luồng không khí đối lưu.

11.2 Người sử dụng thiết bị thử tự động phải tuân thủ đầy đủ hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị về hiệu chuẩn, kiểm tra và vận hành thiết bị.

11.2.1 Điều chỉnh hệ thống đầu dò theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

11.2.2 Hiệu chuẩn dụng cụ đo nhiệt độ theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

11.2.3 Kiểm tra tính năng vận hành của thiết bị tự động ít nhất một lần một năm bằng cách xác định điểm chớp cháy của mẫu chuẩn đã được chứng nhận (CRM) có điểm chớp cháy chuẩn gần với khoảng nhiệt độ chớp cháy dự kiến của mẫu thử, ví dụ có thể chọn trong các loại mẫu chuẩn được nêu trong Phụ lục A.2. Vật liệu phải được thử theo quy trình của phương pháp thử này và điểm chớp cháy xác định được theo 9.5 phải được hiệu chỉnh về áp suất khí quyển (xem điều 13). Điểm chớp cháy xác định được phải nằm trong giới hạn nêu trong Bảng A.2.1 cho chất chuẩn CRM

đã nêu hoặc nằm trong giới hạn đã được tính toán cho các chất chuẩn CRM chưa được nêu (xem Phụ lục A.2).

11.2.4 Khi tính năng vận hành của thiết bị thử đã được kiểm tra, điểm chớp cháy của chuẩn công tác thứ cấp (SWS) có thể được xác định theo luôn và giá trị đo phải nằm trong giới hạn kiểm soát quy định. Các loại chuẩn công tác thứ cấp này sử dụng cho việc kiểm tra thường xuyên tính năng vận hành của thiết bị (xem Phụ lục A.2).

11.2.5 Khi điểm chớp cháy xác định được không nằm trong giới hạn nêu tại 11.2.3 hoặc 11.2.4, kiểm tra lại các điều kiện thử nghiệm và vận hành của thiết bị để bảo đảm sự phù hợp theo các điều chi tiết nêu trong Phụ lục A.1, đặc biệt cần lưu ý đến độ kín khít của nắp đậy (xem A.1.1.3), hoạt động của cửa sập, vị trí của ngọn lửa môi (xem A.1.1.3.3), vị trí và góc nghiêng của nhiệt kế hay dụng cụ đo nhiệt độ (xem A.1.1.3.4). Sau mỗi lần chỉnh phải lặp lại thử nghiệm theo 11.2.3 với lượng mẫu thử mới và chú ý thực hiện đúng theo quy trình đã nêu trong phương pháp thử này.

12 Cách tiến hành (Tự động)

12.1 Điều chỉnh hệ thống làm lạnh bên ngoài đến nhiệt độ để làm lạnh vùng gia nhiệt thấp hơn 10 °C (18 °F) so với nhiệt độ chớp cháy dự kiến, nếu cần.

12.2 Đặt cốc thử vào vị trí trên thiết bị đo.

12.3 Nhập giá trị điểm chớp cháy dự kiến để vùng gia nhiệt được làm lạnh đến nhiệt độ khởi đầu tối thiểu.

CHÚ THÍCH 4: Để tránh tốc độ tăng nhiệt không bình thường khi mẫu đang ở nhiệt độ thấp, nên làm lạnh cốc thử và vỏ bọc trước. Điều này có thể thực hiện bằng cách đặt cả bộ cốc thử vào thiết bị khi thiết bị được làm lạnh đến nhiệt độ thấp hơn 10 °C (18 °F) so với nhiệt độ chớp cháy dự kiến đã được đặt chương trình.

CHÚ THÍCH 5: Kết quả điểm chớp cháy xác định được trong chế độ “Điểm chớp cháy dự kiến chưa biết trước” chỉ nên coi là giá trị gần đúng. Giá trị này có thể sử dụng làm “Điểm chớp cháy dự kiến” khi tiến hành xác định với một lượng mẫu mới với chế độ vận hành máy tiêu chuẩn.

12.4 Dùng ống đồng có chia độ lấy 50 ml ± 0,5 ml mẫu thử cho vào cốc thật cẩn thận sao cho không làm ướt thành cốc trên mực chất lỏng, cả mẫu thử và ống đồng đều được làm lạnh sơ bộ, nếu cần, sao cho nhiệt độ của mẫu thử khi bắt đầu thử là 27 °C ± 5 °C (80 °F ± 10 °F) hay thấp hơn ít nhất là 10 °C (18 °F) so với nhiệt độ chớp cháy dự kiến, chọn mức nhiệt độ thấp hơn trong hai giá trị trên. Điều cần thiết là giữ nhiệt độ của mẫu thấp hơn ít nhất là 10 °C so với nhiệt độ chớp cháy trong suốt quá trình chuyển mẫu từ bình chứa mẫu vào ống đồng và từ ống đồng vào cốc thử. Loại bỏ bọt khí trên bề mặt của mẫu thử bằng mũi dao nhọn hay dụng cụ thích hợp khác. Lau mặt trong của nắp bằng khăn vải sạch hoặc giấy mềm; sau đó đậy nắp cốc cùng với nhiệt kế ở vị trí đo và

đặt vào ổ đỡ của bể. Nối cửa sập và bộ khởi động ngọn lửa môi (nếu có trang bị) vào nắp của thiết bị. Khi dùng ngọn lửa môi bằng khí đốt, đốt ngọn lửa và điều chỉnh ngọn lửa đến đường kính khoảng 4 mm. Nếu thiết bị có trang bị hệ thống đánh lửa bằng tia lửa điện, điều chỉnh theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị. Thử vận hành cơ cấu thử ngọn lửa môi (nếu có trang bị) và quan sát để kiểm tra việc vận hành đúng thiết bị. Nhấn nút START. Nếu quan sát thấy sự chớp cháy xuất hiện ngay khi vừa bắt đầu vận hành thiết bị, dừng ngay thử nghiệm và loại bỏ kết quả. Trong trường hợp này lượng mẫu thử mới cần được làm lạnh thêm 10 °C (18 °F) thấp hơn nhiệt độ khởi động của mẫu đã được chọn ở lần thử trước.

CHÚ THÍCH 6: Cần thận trọng khi làm sạch và lắp đặt hệ thống lắp để tránh làm hỏng hoặc xô dịch vị trí đầu dò điểm chớp cháy hoặc dụng cụ đo nhiệt độ. Xem hướng dẫn của nhà sản xuất để sử dụng và bảo dưỡng cho phù hợp.

12.5 Thiết bị sẽ kiểm soát tự động quy trình thử nghiệm như đã mô tả trong phương pháp thử này. Khi sự chớp cháy được phát hiện, thiết bị sẽ tự ghi nhiệt độ và tự động kết thúc thử nghiệm. Nếu sự chớp cháy được phát hiện ngay lần đầu tiên, phải dừng ngay thử nghiệm, loại bỏ kết quả và làm lại thử nghiệm trên mẫu mới. (**Cảnh báo** – Với một số hỗn hợp có chứa hydrocarbon halogen hoá như metylen clorua hay tricloetylen, sẽ không xảy ra chớp cháy rõ như đã mô tả. Thay vào đó ngọn lửa lan rộng rõ rệt (không phải hiệu ứng quang sáng) và xuất hiện sự thay đổi màu của ngọn lửa từ xanh dương sang vàng – da cam. Nếu tiếp tục gia nhiệt và thử mẫu ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ môi trường xung quanh sẽ làm bốc cháy lượng hơi bên ngoài cốc thử và tiềm ẩn nguy cơ gây hoả hoạn. Xem thêm thông tin tại Phụ lục B.1 và B.2).

12.6 Khi thiết bị đo đã nguội đến nhiệt độ có thể thao tác an toàn [thấp hơn 55 °C(130 °F)] mở nắp che và lấy cốc thử ra để làm sạch theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

13 Báo cáo kết quả

13.1 Hiệu chỉnh với áp suất khí quyển. Đọc và ghi lại áp suất khí quyển tại thời điểm và vị trí tiến hành thử. Khi áp suất khí quyển khác so với giá trị 101,3 kPa (760 mmHg), tiến hành hiệu chỉnh nhiệt độ chớp cháy như sau:

- (1) Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh = $C + 0,25 (101,3 - p)$
- (2) Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh = $F + 0,06 (760 - P)$
- (3) Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh = $C + 0,033 (760 - P)$ (1)

trong đó:

- C là điểm chớp cháy quan sát được, tính bằng °C;
- F là điểm chớp cháy quan sát được, tính bằng °F;
- p là áp suất khí quyển, tính bằng kPa, và
- P là áp suất khí quyển, tính bằng mmHg.

13.2 Áp suất khí quyển sử dụng để tính toán là áp suất không khí tại phòng thí nghiệm ở thời điểm tiến hành thử. Không sử dụng các thiết bị đo áp suất không khí tại các trạm đo thời tiết hoặc sân bay vì chúng đã được hiệu chỉnh để có số đọc ở mực nước biển.

13.3 Báo cáo điểm chớp cháy đã được hiệu chỉnh chính xác đến 0,5 °C (hoặc 1 °F).

14 Độ chụm và độ lệch

14.1 Độ chụm – Sử dụng các chuẩn mực sau để xem xét khả năng chấp nhận các kết quả thử (xác suất 95 %).

14.1.1 Độ lặp lại – Sự chênh lệch giữa các kết quả liên tiếp thu được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài dưới điều kiện thử không đổi với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong 20 trường hợp có giá trị vượt quá giá trị nêu dưới đây:

Điểm chớp cháy, °C (°F)	Độ lặp lại, °C (°F)
Thấp hơn 60 °C (140 °F)	1,2 °C (2,0 °F)
Từ 60 °C (138,2 °F) trở lên	1,6 °C (3,0 °F)

14.1.2 Độ tái lập – Sự chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và được lập thu được, do các thí nghiệm viên khác nhau tiến hành ở các phòng thí nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử như nhau, trong một thời gian dài, với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ có một trong 20 trường hợp có giá trị vượt quá giá trị nêu dưới đây:

Điểm chớp cháy, °C (°F)	Độ tái lập, °C (°F)
Thấp hơn 60 °C (140 °F)	4,3 °C (8 °F)
Từ 60 °C (138,2 °F) trở lên	5,8 °C (10 °F)

14.2 Độ lệch – TCVN 7485 : 2005 xác định điểm chớp cháy không có độ lệch, do điểm chớp cháy Tag chỉ có thể xác định được duy nhất bằng phương pháp này. Các kết quả thử nghiệm liên phòng hiện thời đã xác nhận rằng không có độ lệch tương đối giữa các kết quả xác định theo quy trình thủ công và quy trình tự động. Trong các trường hợp có mâu thuẫn khi đánh giá kết quả thì kết quả xác định điểm chớp cháy bằng quy trình thủ công được coi là phép thử trọng tài.

CHÚ THÍCH 7: Các hỗn hợp (nhưng không chỉ giới hạn là những loại này) như các hỗn hợp chứa hợp chất clo hóa hoặc có chứa nước có thể cho thấy sự khác biệt đáng kể giữa kết quả xác định trên thiết bị theo phương pháp thủ công và thiết bị xác định tự động. Đối với các hỗn hợp này, các kết luận liên quan đến độ chính xác có thể sẽ không áp dụng được.

CHÚ THÍCH 8: Các dữ liệu liên quan đến độ chụm được lập vào năm 1991 theo chương trình hợp tác thử nghiệm sử dụng tám (8) mẫu thử với sự tham gia của mười hai (12) phòng thí nghiệm với thiết bị thử thủ công và mười bảy (17) phòng thí nghiệm với thiết bị thử tự động. Thông tin về loại mẫu và điểm chớp cháy trung bình của chúng được nêu trong báo cáo nghiên cứu.

Phụ lục A

(quy định)

A.1 Thiết bị

A.1.1 Thiết bị thử cốc kín Tag

A.1.1.1 Thiết bị thử cốc kín Tag bao gồm cốc thử, nắp đậy có ngọn lửa môi và bể điều nhiệt phù hợp với các yêu cầu sau:

A.1.1.2 Cốc thử, làm bằng đồng thau hoặc kim loại không rỉ có tính dẫn nhiệt tương đương, phù hợp với các yêu cầu về kích thước mô tả trong Hình A.1.1. Cốc thử có khối lượng $68 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$.

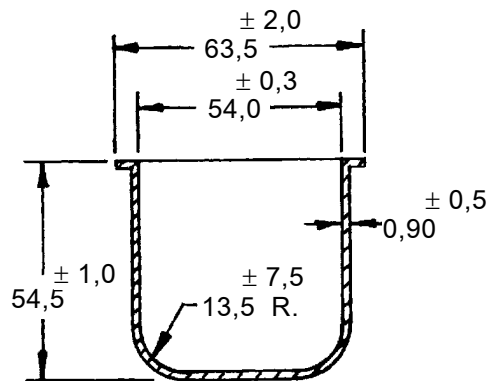
A.1.1.3 Nắp đậy cốc

A.1.1.3.1 Nắp đậy cốc gồm nắp tròn bằng kim loại không rỉ với cạnh gờ hướng xuống dưới, kích thước 15,9 mm; cơ cấu cửa cửa sập, là cơ cấu đồng thời mở cửa sập và đưa ngọn lửa môi xuống; và ống đỡ nghiêng để cắm nhiệt kế đo nhiệt độ trong cốc thử. Hình A.1.2 mô tả mặt trên của nắp cốc với các kích thước và vị trí của ba khe nhỏ được mở và đóng bằng cửa sập, kích thước và vị trí của lỗ dành cho nhiệt kế đo nhiệt độ trong cốc thử.

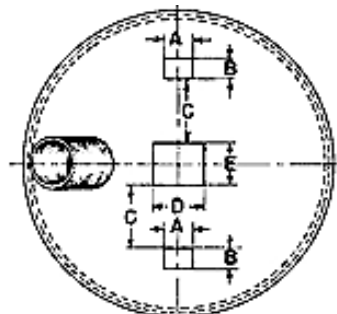
A.1.1.3.2 Gờ đỡ của cốc thử phải vừa khít với miệng của bể chứa chất lỏng với độ hở không quá 0,4 mm và tạo khe sao cho nắp đậy khít với cốc khi đặt cốc vào vị trí trên bể điều nhiệt. Khi yêu cầu này không đạt, vị trí thẳng đứng của cốc trong bể điều nhiệt phải được điều chỉnh thích hợp bằng cách đặt một vòng đệm mỏng bằng kim loại ở dưới gờ của cốc thử.

A.1.1.3.3 Cửa sập phải có kích thước và hình dạng sao cho có thể đậy kín ba khe hở trên nắp khi ở vị trí đóng và mở hoàn toàn khi ở vị trí mở. Đầu đốt của dụng cụ môi lửa phải phù hợp với các kích thước được nêu trong Bảng A.1.1. Dụng cụ ngọn lửa môi phải được thiết kế và chế tạo sao cho khi mở cửa sập thì đồng thời đưa đầu đốt đến vị trí cách tâm ngang của khe mở ở giữa cửa sập khoảng 2 mm về phía bên phải (xem phần dưới của Hình A.1.3). Bằng cách này ngọn lửa môi được đưa vào vị trí gần ngay tâm của khe mở. Mặt dưới của nắp sẽ nằm ở vị trí giữa phần trên và phần dưới của đầu đốt ngọn lửa môi khi đầu đốt này được đề xuống hoàn toàn.

A.1.1.3.4 Ống đỡ để lắp nhiệt kế được đặt ở góc sao cho có thể đặt bầu đo thủy ngân của nhiệt kế ở vị trí gần ngay tâm của cốc đo với độ sâu nêu ở Bảng A.1.1.

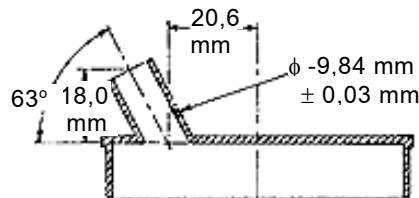


Hình A.1.1 - Cốc chứa mẫu thử



- A - 7,15 mm
- B - 4,78 mm
- C - 15,10 mm
- D - 11,92 mm
- E - 10,32 mm

CHÚ DẪN: Sai lệch kích thước cho phép là $\pm 0,13$ mm nếu không qui định cụ thể.



Các đơn vị tương đương

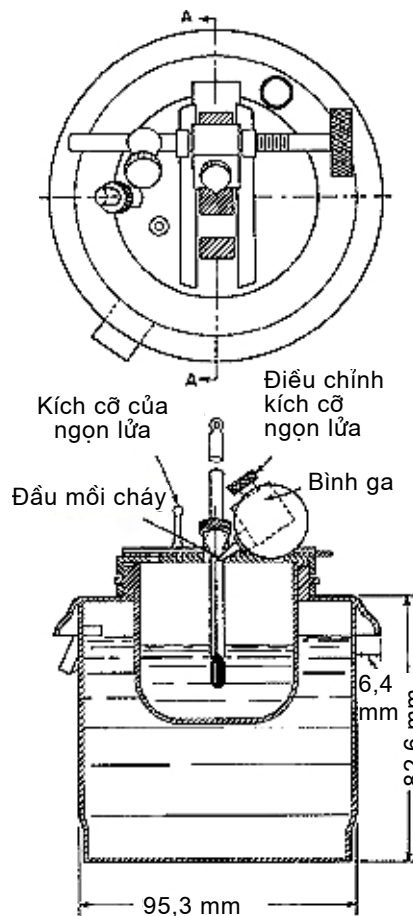
mm	in	mm	in
0,03	0,001	10,32	0,406
0,13	0,005	11,92	0,469
4,78	0,188	15,10	0,594
7,15	0,281	18,0	0,71
9,84	0,387	20,6	0,81

CHÚ DẪN: Kích thích liên quan đến kích cỡ và vị trí của nhiệt kế được khuyến cáo nhưng không bắt buộc.

Hình A.1.2 - Phía trên của nắp cốc mô tả vị trí và kích thước của các khe hở

Bảng A.1.1 - Các yêu cầu về kích thước

Khoảng cách tính từ mép trên của cốc thử đến bề mặt của chất lỏng trong bể	27,8 mm ± 0,4 mm (1,094 in. ± 0,016 in.)
Khoảng cách tính từ mép trên của cốc thử đến bề mặt dung dịch mẫu trong cốc	29,4 mm ± 0,8 mm (1,156 in. ± 0,031 in.)
Khoảng cách tính từ mép trên của cốc thử đến điểm dưới của bầu đo nhiệt kế	45,0 mm ± 0,8 mm (1,77 in. ± 0,031 in.)
Đường kính trong của cốc chứa mẫu thử	54,0 mm ± 0,3 mm (2,125 in. ± 0,010 in.)
Đường kính của kích cỡ ngọn lửa trên nắp đậy	4,0 mm ± 0,8 mm (0,156 in. ± 0,031 in.)
Đường kính lỗ của đầu đốt ngọn lửa môi	1,2 mm ± 0,3 mm (0,049 in. ± 0,010 in.)
Đường kính ngoài của đầu đốt ngọn lửa môi	2,0 mm max (0,079 in. max)



Các đơn vị qui đổi

mm	In
6,4	0,25
82,6	3,25
95,3	3,75

Hình A.1.3 - Mặt cắt của bể điều nhiệt và cốc thử (Thiết bị thử công)

A.1.1.4 Bể điều nhiệt, có kích thước phù hợp với kích thước giới hạn hoặc kích thước tối thiểu theo Hình A.1.3. Bể được làm bằng đồng thau, đồng hoặc kim loại không rỉ khác, với cấu trúc chắc

TCVN 7485 : 2005

chấn. Tấm kim loại số 20 theo thang B&S (dày 0,812 mm) là phù hợp với yêu cầu này. Nếu cần có thể bọc bề bằng vật liệu cách nhiệt để kiểm soát nhiệt độ.

A.1.1.5 Nguồn nhiệt, có thể sử dụng bất cứ loại nào (điện, khí đốt, cồn,...) có khả năng kiểm soát nhiệt độ theo yêu cầu nêu trong điều 9. Tuy nhiên nên sử dụng bếp điện kiểm soát bằng biến thế.

A.1.1.6 Giá đỡ bể – Khi sử dụng bếp điện, có thể sử dụng bất cứ loại giá đỡ nào. Đối với đèn cồn hoặc khí đốt, cần sử dụng loại giá đỡ mô tả trong Hình 1 để ngọn lửa không bị ảnh hưởng do các luồng khí đối lưu (trừ khi thử nghiệm được tiến hành trong phòng đã được thiết kế không có các luồng không khí đối lưu).

A.2 Kiểm tra tính năng vận hành của thiết bị

A.2.1 Chất chuẩn được chứng nhận (CRM) – CRM là hợp chất hydrocacbon hoặc sản phẩm dầu mỏ khác có tính chất ổn định và tinh khiết hóa học, (lớn hơn 99 % tính theo mol) có điểm chớp cháy đặc trưng của phương pháp được xác định qua chương trình nghiên cứu liên phòng thử nghiệm cho riêng phương pháp thử này, theo tiêu chuẩn Thực hành ASTM D 6300 (trước đây là hướng dẫn ASTM RR:D02-1007) hoặc Hướng dẫn ISO 34 và 35.

Bảng A.2.1 - Giá trị điểm chớp cháy đặc trưng TCVN 7485 : 2005(ASTM D 56 - 02a) và giới hạn đặc trưng cho CRM

Hydrocarbon	Độ tinh khiết, mol %	Điểm chớp cháy, °C	Giới hạn, °C
n-decan	99+	50,9	± 2,3
n-undecan	99+	67,1	± 2,3

A.2.1.1 Các giá trị đặc trưng của điểm chớp cháy đã được hiệu chỉnh về áp suất khí quyển đối với một số chất chuẩn và các giá trị giới hạn đặc trưng cũng được nêu trong Bảng A.2.1 (xem Chú thích A.2.2). Các nhà cung cấp CRMs sẽ cung cấp giấy chứng nhận trong đó ghi rõ giá trị đo điểm chớp cháy xác định cho mỗi chất chuẩn theo lô sản xuất. Việc tính toán giới hạn áp dụng cho các chuẩn CRM này có thể xác định từ giá trị độ tái lập của phương pháp này, trừ đi ảnh hưởng của thử nghiệm liên phòng và sau đó nhân với 0,7.

CHÚ THÍCH A.2.1: Các dữ liệu làm cơ sở cho nghiên cứu liên phòng thử nghiệm để đưa ra các điểm chớp cháy nêu trong Bảng A.2.1.

CHÚ THÍCH A.2.2: Chất chuẩn, độ tinh khiết, giá trị điểm chớp cháy và các giới hạn nêu tại Bảng A.2.1 được xây dựng trong chương trình thử nghiệm liên phòng ASTM nhằm xác định tính phù hợp để sử dụng làm chất lỏng kiểm tra đối với phương pháp xác định điểm chớp cháy. Các loại chất khác với độ tinh khiết, giá trị điểm chớp cháy và giới hạn áp dụng được xác định cũng có thể phù hợp nếu được chuẩn bị theo phương pháp

trong hướng dẫn thực hành ASTM D 6300 hoặc Hướng dẫn ISO 34 và 35. Giấy chứng nhận đặc tính của các loại chất chuẩn nên được xem xét trước khi sử dụng, do *giá trị điểm chớp cháy của chất chuẩn thay đổi tùy theo thành phần của mỗi lô sản xuất*.

CHÚ THÍCH A.2.3: p-Xylen nếu nhận được từ nhà cung cấp hóa chất có uy tín cũng có thể sử dụng như chất lỏng hiệu chuẩn nếu đáp ứng các yêu cầu kỹ thuật được nêu tại A.2.1.1.

A.2.2 Chuẩn công tác thứ cấp (SWS) – Chuẩn công tác thứ cấp là hợp chất hydrocarbon hoặc sản phẩm dầu mỏ khác có tính chất ổn định và tinh khiết hóa học (lớn hơn 99 % tính theo mol) với thành phần hóa học ổn định rõ rệt.

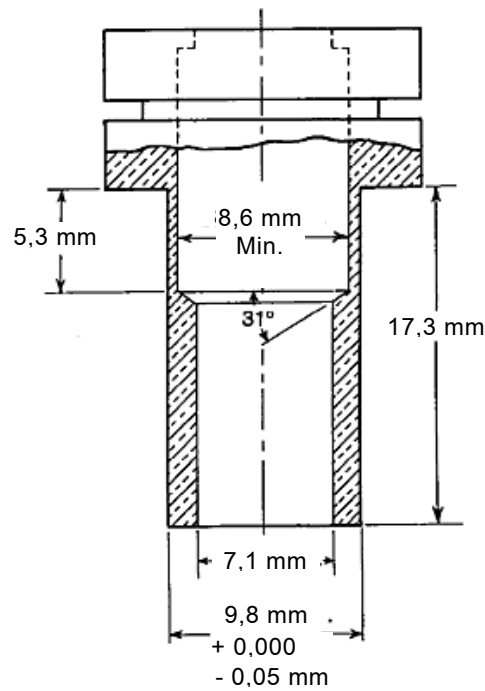
A.2.2.1 Thiết lập điểm chớp cháy trung bình và các giới hạn kiểm soát thống kê (3σ) cho chuẩn công tác thứ cấp (SWS) sử dụng các kỹ thuật thống kê tiêu chuẩn (xem Chú thích A.2.3).

CHÚ THÍCH A.2.4: Có thể xác định giá trị trung bình của điểm chớp cháy bằng cách tiến hành thử nghiệm mẫu đại diện ba lần trên thiết bị thử trước đó đã được kiểm tra bằng CRM, phân tích thống kê các kết quả sau khi đã loại bỏ các số lạc nếu có, và tính giá trị trung bình số học hoặc tiến hành chương trình thử nghiệm liên phòng với sự tham gia của ba phòng thử nghiệm, mỗi phòng tiến hành thử nghiệm mẫu đại diện hai lần và tính toán giá trị trung bình áp dụng các kỹ thuật thống kê tiêu chuẩn.

A.3 Tiêu chuẩn hóa đối với chế tạo thiết bị

A.3.1 Khi đo nhiệt độ của cốc thử, dùng nhiệt kế phù hợp với các yêu cầu kỹ thuật đối với nhiệt kế cấp thấp thường sử dụng cho thiết bị đo điểm chớp cháy Pensky-Martens theo phương pháp ASTM D 93, thường được các nhà sản xuất nhiệt kế cung cấp kèm theo ống đỡ bằng kim loại hoặc polytetrafluetylen (PTFE) để có thể cắm vào giá đỡ dành cho nhiệt kế trên nắp thiết bị thử. Ống đỡ này thường được cung cấp kèm theo giá để lắp vừa với ống cắm nhiệt kế có đường kính lớn hơn trên thiết bị thử loại Pensky-Martens. Sự khác biệt về kích thước của các ống cắm nhiệt kế thực tế có thể làm ảnh hưởng (tuy không phải là cơ bản) đến kết quả thử nghiệm nhưng gây ra những vấn đề không đáng có đối với nhà chế tạo, nhà cung cấp cũng như người sử dụng.

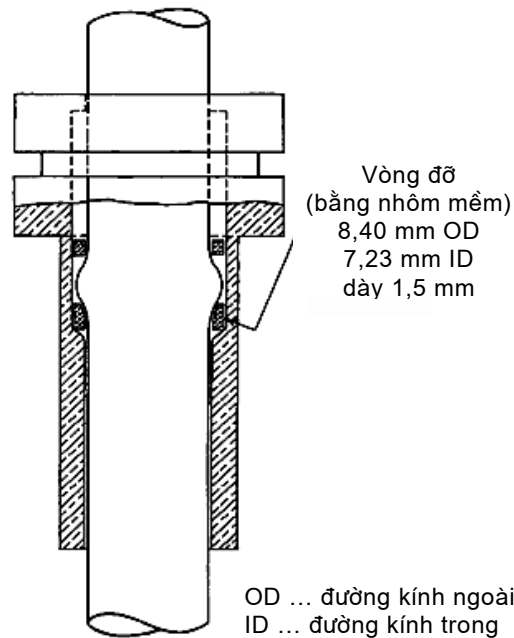
A.3.2 Tiểu ban kỹ thuật E01.21 về Kế hoạch chất chuẩn, thử nghiệm thành thạo và Công nhận phòng thí nghiệm đã nghiên cứu vấn đề này và thiết lập một số nguyên tắc về kích thước được nêu trên các Hình A.1.1, A.3.1 và A.3.2. Sự phù hợp với các yêu cầu này không phải là bắt buộc nhưng là mong muốn của người sử dụng và nhà sản xuất cũng như cung cấp thiết bị thử cốc kín Tag.



Các đơn vị tương đối

mm	in	mm	in
0,05	0,002	8,6	0,34
5,3	0,21	9,8	0,385
7,1	0,28	17,3	0,68

Hình A.3.1 - Kích thước của ống đỡ nhiệt kế (Không bắt buộc)



Các đơn vị qui đổi

mm	In
1,5	0,06
7,23	0,284
8,40	0,330

Hình A.3.2 - Kích thước của vòng đỡ nhiệt kế (Không bắt buộc)

Phụ lục B

(tham khảo)

B.1 Hiện tượng "che" điểm chớp cháy

B.1.1 Trong quá trình thử nghiệm xác định điểm chớp cháy của một số hỗn hợp có thể xảy ra hiện tượng khi mà thành phần không bắt cháy của mẫu thử làm "trơ" pha hơi ở phía trên chất lỏng và ngăn cản sự bắt cháy. Ở điều kiện này, điểm chớp cháy của mẫu thử bị "che" và dẫn đến kết quả điểm chớp cháy không đúng, hoặc rất cao hoặc mẫu hoàn toàn không có điểm chớp cháy (không bắt cháy).

B.1.2 Hiện tượng điểm chớp cháy bị che nêu trên thường hay xảy ra với các loại chất lỏng dễ bắt cháy nhưng chứa một lượng nhất định hydrocacbon đã halogen hóa như diclometan (metylen clorua) và tricloetylen.

B.1.3 Trong điều kiện này sẽ không quan sát thấy sự chớp cháy đặc trưng như đã được định nghĩa tại 3.1.1. Thay vào đó xảy ra sự lan rộng của ngọn lửa môi và thay đổi màu ngọn lửa từ xanh dương sang màu vàng – da cam.

B.1.4 Ở điều kiện này nếu tiếp tục gia nhiệt mẫu và tiếp tục thử xác định điểm chớp cháy ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ môi trường xung quanh sẽ dẫn đến sự bốc cháy của hơi dễ bắt cháy ở bên ngoài cốc thử, thường là ở phía trên ngọn lửa môi. Do vậy có thể tiềm ẩn nguy cơ gây hỏa hoạn nếu không được phát hiện kịp thời.

B.1.5 Vì vậy mỗi khi có hiện tượng này xảy ra khi xác định điểm chớp cháy của các loại mẫu này cần phải dừng ngay quá trình thử nghiệm.

B.1.6 Các chỉ dẫn liên quan đến phép thử xác định điểm chớp cháy và khả năng bắt cháy của hỗn hợp có thể theo phương pháp thử ASTM E 502.

B.2 Phép thử xác định điểm chớp cháy và khả năng bắt cháy của hỗn hợp

B.2.1 Điểm chớp cháy được sử dụng để biểu thị khả năng bắt cháy của vật liệu dạng lỏng trong một số ứng dụng nhưng điểm chớp cháy không phải là nhiệt độ thấp nhất mà chỉ ở điều kiện đó vật liệu mới có thể phát ra hơi dễ bắt cháy.

B.2.2 Có những trường hợp cá biệt khi không có điểm chớp cháy nhưng không bảo đảm là vật liệu không dễ bắt cháy, các loại dung môi như tricloetylen chỉ cần truyền hơi rộng là đủ để phát

TCVN 7485 : 2005

cháy. Các chất thuộc nhóm này không phát cháy trong các thiết bị có kích thước như thiết bị xác định điểm chớp cháy, tuy nhiên, pha hơi của chúng lại dễ cháy và sẽ phát cháy khi được môi trường thiết bị có kích thước đủ lớn.

B.2.3 Khi chất lỏng chứa các hợp phần dễ bắt cháy và không bắt cháy, chất lỏng có thể phát ra hơi dễ bắt cháy ở những điều kiện nhất định nhưng lại không có điểm chớp cháy khi xác định theo phương pháp cốc kín. Hiện tượng này được ghi nhận khi thành phần không bắt cháy nhưng có tính dễ bay hơi với lượng đủ để làm “trơ” pha hơi trong cốc kín và ngăn cản sự phát cháy. Hơn nữa, có những trường hợp khi thành phần không bắt cháy hiện diện với lượng đáng kể trong pha hơi và do đó vật liệu sẽ không có điểm chớp cháy.

B.2.4 Các loại chất lỏng chứa các hợp phần không bắt cháy có tính bay hơi cao hoặc chất pha trộn không có điểm chớp cháy do chịu ảnh hưởng của hợp phần không bắt cháy, cũng có thể tạo hỗn hợp dễ bắt cháy nếu tạo pha hơi với không khí theo tỷ lệ thích hợp.
