

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 6608:2010
ASTM D 3828-09**

Xuất bản lần 2

**SẢN PHẨM DẦU MỎ – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH
ĐIỂM CHỚP CHÁY CỐC KÍN BẰNG THIẾT BỊ THỬ
CÓ KÍCH THƯỚC NHỎ**

*Standard test method for flash point by small scale closed
cup tester*

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 6608:2010 thay thế cho TCVN 6608:2006.

TCVN 6608:2010 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 3828–09 *Standard test method for flash point 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 D 3828–09 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 6608:2010 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC28/SC2 *Nhiên liệu lỏng – Phương pháp thử* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Các phương pháp xác định điểm chớp cháy bằng thiết bị thử có kích thước nhỏ trong Tiêu chuẩn này chủ yếu áp dụng để kiểm tra điểm chớp cháy của mẫu thử ở một nhiệt độ xác định, tại nhiệt độ này, mẫu thử và hỗn hợp hơi - không khí phía trên bề mặt mẫu phải ở trạng thái gần với trạng thái cân bằng nhiệt. Phương pháp ASTM D 3941 quy định phương pháp thử trên thiết bị thử nhiệt độ chớp cháy loại khác, được thực hiện ở một nhiệt độ xác định.

Giá trị của điểm chớp cháy phụ thuộc vào thiết kế của thiết bị thử, điều kiện sử dụng thiết bị và quy trình thử. Vì vậy điểm chớp cháy chỉ có thể xác định dựa trên phương pháp thử tiêu chuẩn và không có sự tương quan nào về giá trị đại diện đảm bảo được giữa các kết quả thu được theo các phương pháp thử khác nhau hoặc trên các thiết bị thử khác với thiết bị quy định.

Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm chớp cháy cốc kín bằng thiết bị thử có kích thước nhỏ

Standard test method for flash point by small scale closed cup tester

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định điểm chớp cháy cốc kín, nằm trong khoảng -30 °C đến 300 °C, của sản phẩm dầu mỏ và nhiên liệu lỏng điêzen sinh học bằng thiết bị thử cốc kín có kích thước nhỏ. Phương pháp này có thể áp dụng để xác định sản phẩm có chớp cháy hoặc không chớp cháy tại một nhiệt độ xác định (Phương pháp A chớp cháy/không chớp cháy) hoặc điểm chớp cháy của một mẫu (Phương pháp B). Khi sử dụng kết hợp với một detector chớp cháy nhiệt điện tử thì phương pháp này có thể phù hợp để xác định điểm chớp cháy của điêzen sinh học như các metyl este của axit béo (FAME).

1.2 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị ghi trong ngoặc đơn dùng để tham khảo.

1.3 **CẢNH BÁO:** Theo EPA và nhiều cơ quan nhà nước thì thủy ngân là một chất độc hại có thể gây hại hệ thần kinh trung ương, thận và gan. Thủy ngân và hơi của nó có thể gây nguy hiểm tới sức khỏe và gây ăn mòn vật liệu. Phải chú ý khi xử lý thủy ngân và các sản phẩm có chứa thủy ngân. Để biết thêm chi tiết về thủy ngân, xem Bản dữ liệu An toàn vật liệu hiện hành và trang web của EPA để có thêm thông tin (<http://www.epa.gov/mercury/faq.htm>). Người sử dụng phải nhận thức được rằng việc mua bán thủy ngân và các sản phẩm có chứa thủy ngân, hoặc cả hai, trong đất nước mình có thể bị cấm bởi luật sở tại.

1.4 Tiêu chuẩn này áp dụng để đo và mô tả đặc tính của nguyên liệu, sản phẩm hoặc hỗn hợp của chúng khi bị tác động của nhiệt và ngọn lửa ở các điều kiện được kiểm soát trong phòng thí nghiệm và không áp dụng Tiêu chuẩn này để mô tả hoặc đánh giá mối nguy hiểm và rủi ro cháy của nguyên liệu, sản phẩm hoặc hỗn hợp của chúng trong điều kiện cháy thực. Tuy nhiên, những kết quả kiểm tra theo phương pháp này có thể được sử dụng làm cơ sở để đánh giá nguy hiểm cháy trong tổng thể các nhân tố thích hợp, được tính đến để đánh giá mối nguy hiểm cho một ứng dụng cụ thể.

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

TCVN 6608:2010

khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng. Các lời cảnh báo được nêu trong toàn bộ tiêu chuẩn này. Tham khảo thêm các Bản dữ liệu về an toàn của vật liệu đối với sản phẩm đang được thử nghiệm.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 6777 (ASTM D 4057), *Dầu mỏ và các sản phẩm dầu mỏ - Phương pháp lấy mẫu thủ công.*

ASTM D 3941, *Test method for flash point by the equilibrium method with a closed-cup apparatus (Xác định điểm chớp cháy bằng phương pháp cân bằng với thiết bị cốc kín).*

ASTM D 4177, *Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Phương pháp lấy mẫu tự động dầu mỏ và các sản phẩm dầu mỏ).*

ASTM D 6299, *Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Quy định áp dụng kỹ thuật đảm bảo chất lượng theo phương pháp thống kê để đánh giá đặc tính của hệ thống thiết bị phân tích).*

ASTM E 300, *Practice for sampling industrial chemicals (Phương pháp lấy mẫu các hóa chất công nghiệp).*

ISO Guide 34, *Quality systems guidelines for the production of reference materials (Hướng dẫn hệ thống chất lượng về việc sản xuất vật liệu chuẩn).*

ISO Guide 35, *Certification of reference materials – General and statistical principles (Chứng nhận vật liệu chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê).*

EN ISO 3679, *Determination of flash point - Rapid equilibrium closed cup method (Xác định điểm chớp cháy – Phương pháp cốc kín cân bằng nhanh).*

EN ISO 3680, *Determination of flash/no flash - Rapid equilibrium closed cup method (Xác định chớp cháy /không chớp cháy – Phương pháp cốc kín cân bằng nhanh).*

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

IP 524, *Determination of flash/no flash - Rapid equilibrium closed cup method (Xác định chớp cháy/không chớp cháy – Phương pháp cốc kín cân bằng nhanh).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 Định nghĩa

3.1.1

Điểm cân bằng trong các phương pháp xác định điểm chớp cháy (equilibrium in flash point test methods)

Trạng thái mà hơi ở trên mẫu thử nghiệm và mẫu thử nghiệm có cùng nhiệt độ tại thời điểm đưa nguồn lửa vào.

Giải thích: Trên thực tế trạng thái này có thể không đạt được hoàn toàn, do nhiệt độ không đồng đều trong toàn mẫu thử, nhiệt độ nắp và cửa sập trên thiết bị có thể lạnh hơn hoặc nóng hơn.

3.1.2

Điểm chớp cháy trong các phương pháp xác định điểm chớp cháy (flash point in flash point test methods)

Nhiệt độ thấp nhất đã hiệu chỉnh về áp suất 101,3 kPa (760 mmHg), tại đó nguồn lửa làm hơi của mẫu nhiên liệu bùng cháy dưới điều kiện xác định của phép thử.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Phương pháp A – Phép thử chớp cháy /không chớp cháy

Dùng xylanh bơm mẫu thử nghiệm vào cốc thử của thiết bị đã lựa chọn, thiết bị này được đặt và duy trì ở nhiệt độ nhất định. Sau một thời gian quy định, đưa nguồn lửa vào và quan sát có sự xuất hiện chớp cháy hay không.

4.2 Phương pháp B - Điểm chớp cháy giới hạn (hoặc thực)

Phương pháp này về bản chất là xác định điểm chớp cháy bằng cách thực hiện lại vài lần phương pháp A và thay đổi nhiệt độ thử nghiệm và mẫu thử vài lần.

4.2.1 Đưa mẫu thử nghiệm vào cốc thử của thiết bị đã chọn và duy trì ở nhiệt độ chớp cháy dự kiến. Sau thời gian quy định đưa ngọn lửa vào và quan sát có sự xuất hiện chớp cháy hay không.

4.2.2 Đổ mẫu ra khỏi cốc, lau sạch cốc và nắp, điều chỉnh nhiệt độ thử nghiệm thay đổi 5 °C (9 °F) cao hơn hoặc thấp hơn tùy thuộc vào trước đó có xuất hiện chớp cháy hay không. Cho mẫu mới vào cốc và tiến hành thử. Quy trình này lặp lại cho đến khi thiết lập được điểm chớp cháy trong khoảng 5 °C (9 °F).

4.2.3 Sau đó quy trình trên được lặp lại tại khoảng nhiệt độ 1 °C (2 °F) cho đến khi điểm chớp cháy được xác định chính xác đến 1 °C (2 °F).

4.2.4 Nếu cần độ chính xác cao thì quy trình trên lặp lại tại khoảng nhiệt độ 0,5 °C (1 °F) cho đến khi xác định được điểm chớp cháy chính xác đến 0,5 °C (1 °F).

TCVN 6608:2010

4.3 Thời gian thử và thể tích mẫu

4.3.1 Đối với tất cả các sản phẩm, trừ điêzen sinh học, khi nhiệt độ thử nhỏ hơn hoặc bằng 100 °C (212 °F), thời gian thử là 1 min và thể tích mẫu là 2 mL.

4.3.2 Đối với tất cả các sản phẩm, trừ điêzen sinh học, khi nhiệt độ thử lớn hơn 100 °C (212 °F), thời gian thử là 2 min và thể tích mẫu là 4 mL.

4.3.3 Với tất cả các nhiệt độ thử của điêzen sinh học, thời gian thử là 1 min và thể tích mẫu là 2 mL.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Điểm chớp cháy đánh giá phản ứng của mẫu thử với nhiệt và ngọn lửa trong điều kiện được kiểm soát của phòng thí nghiệm. Đây chỉ là một trong các tính chất phải xem xét trong việc đánh giá tổng thể nguy cơ cháy của một loại vật liệu nào đó.

5.2 Điểm chớp cháy được sử dụng trong các quy định an toàn và vận chuyển để chỉ rõ và phân loại các loại nhiên liệu dễ cháy và có thể gây cháy. Cần tham khảo thêm các quy định cụ thể để định nghĩa chính xác các loại nhiên liệu.

5.3 Điểm chớp cháy chỉ ra khả năng có mặt các chất dễ cháy và dễ bay hơi trong các vật liệu không cháy và không bay hơi.

5.4 Phương pháp thử này sử dụng một lượng mẫu nhỏ hơn (từ 2 mL đến 4 mL) và thời gian thử ngắn hơn (từ 1 min đến 2 min) so với phép thử truyền thống.

5.5 Phương pháp A, IP 524 và EN ISO 3680 là các phương pháp tương tự nhau để thử chớp cháy/không chớp cháy. Phương pháp B, IP 523 và EN ISO 3679 là các phương pháp tương tự nhau để xác định điểm chớp cháy.

6 Thiết bị và dụng cụ

6.1 Cốc thử và nắp

Yêu cầu và kích thước cơ bản được quy định trên Hình A.1.1 và Bảng A.1.1 của Điều A.1 Phụ lục A. Thiết bị và phụ tùng được mô tả chi tiết trong Điều A.1 Phụ lục A. Khoảng nhiệt độ từ -30 °C đến 300 °C. Một số thiết bị có thể không có đầy đủ khoảng nhiệt độ trên.

6.2 Khí áp kế

Độ chính xác 0,5 kPa. Không sử dụng các khí áp kế đã được hiệu chỉnh để sử dụng ở nhà ga hoặc sân bay.

6.3 Tấm chắn gió

Tấm chắn gió được đặt phía sau và hai bên thiết bị, để sử dụng ở những nơi không có biện pháp chắn gió.

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Dung môi làm sạch

Chỉ sử dụng các dung môi làm sạch không có tính ăn mòn có khả năng làm sạch các cốc thử và nắp đậy. Hai loại dung môi thường được sử dụng là toluen và axeton. (**CẢNH BÁO:** Toluene và axeton và nhiều các dung môi khác đều dễ cháy và gây nguy hiểm tới sức khỏe. Xả bỏ dung môi và các vật liệu phế thải theo các quy định hiện hành.)

7.2 Butan, propan và khí tự nhiên

Sử dụng làm nguồn dẫn và nguồn đánh lửa (không yêu cầu nếu đã sử dụng bộ đánh lửa bằng điện). (**CẢNH BÁO:** Butan, propan và khí tự nhiên dễ cháy và gây nguy hiểm tới sức khỏe.)

8 Lấy mẫu

8.1 Từ một vị trí trên thùng chứa mẫu thử, lấy ít nhất 50 mL mẫu thử theo TCVN 6777 (ASTM D 4057), ASTM D 4177, ASTM E 300 hoặc theo các phương pháp lấy mẫu khác tương đương.

8.2 Giữ mẫu trong chai sạch, đậy kín ở nhiệt độ phòng (20 °C đến 25 °C) hoặc tại nhiệt độ thấp hơn.

8.3 Không chứa mẫu lâu trong các chai có thể thẩm thấu khí, như các chai nhựa vì các chất bay hơi có thể khuếch tán qua thành chai. Mẫu lấy từ các chai chứa bị rò rỉ đều không đủ độ tin cậy và không thể cho các kết quả hợp lệ.

8.4 Khi không thực hiện các biện pháp phòng ngừa để tránh sự thất thoát các chất dễ bay hơi thì có thể nhận được điểm chớp cháy cao hơn thực tế. Không mở bình chứa khi không cần thiết và chỉ rót mẫu khi nhiệt độ mẫu thấp hơn ít nhất là 10 °C so với điểm chớp cháy dự kiến. Thực hiện đo chớp cháy trước khi tiến hành các phép thử khác.

8.5 Đối với mẫu có chứa nước tự do hoặc nước hòa tan, có thể tiến hành loại nước bằng canxi clorua. (**CẢNH BÁO:** Nếu mẫu được dự báo và có các chất bay hơi, thì nên bỏ qua bước xử lý mẫu 8.5.)

8.6 Làm lạnh hoặc điều chỉnh nhiệt độ của mẫu và chai chứa mẫu xuống dưới ít nhất 10 °C so với nhiệt độ chớp cháy dự kiến trước khi mở chai để lấy mẫu thử. Nếu một phần của mẫu thử ban đầu được dự trữ trước để thí nghiệm, thì phải đảm bảo rằng chai chứa được nạp đầy 85 % đến 95 % thể tích của chai chứa mẫu.

CHÚ THÍCH 1: Kết quả của phép xác định điểm chớp cháy có thể bị ảnh hưởng nếu thể tích mẫu thử nhỏ hơn 50 % thể tích của chai chứa mẫu.

8.7 Nếu đủ mẫu lỏng để trộn mẫu thì tiến hành trộn bằng cách lắc nhẹ bằng tay trước khi lấy mẫu, thao tác cẩn thận để giảm thiểu thất thoát các chất bay hơi. Nếu mẫu thử quá nhớt ở nhiệt độ

TCVN 6608:2010

môi trường thì cần làm ấm từ từ mẫu chứa trong chai đến nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ thử ít nhất là 10 °C sao cho có thể hòa trộn đều mẫu bằng cách lắc nhẹ.

8.8 Nếu thực hiện gia nhiệt theo 8.7 không thể làm cho mẫu đủ lỏng để có thể rót vào cốc thử qua miệng chai thì tiến hành chuyển mẫu thử vào cốc thử bằng thiết bị định lượng rắn hoặc bằng thìa lấy mẫu khi mở nắp. Lượng mẫu có thể có khối lượng tương ứng với thể tích yêu cầu và mẫu nên được trải bằng phẳng trên đáy cốc thử. Không xác định được độ chụm đối với các mẫu thử rắn.

9 Chuẩn bị thiết bị

9.1 Đặt thiết bị ở vị trí 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 (6.3). Các kết quả thử khi phép thử được tiến hành trong tủ hút là không đáng tin cậy trừ khi dòng hơi và không khí được hút ra theo cách không gây ảnh hưởng đến dòng không khí phía trên cốc thử trong giai đoạn sử dụng nguồn lửa.

9.2 Đọc kỹ hướng dẫn của nhà sản xuất về những lưu ý, các dịch vụ của thiết bị và vận hành chuẩn xác các phép kiểm tra.

9.3 Chuẩn bị vận hành thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất về hiệu chuẩn, kiểm tra và vận hành thiết bị, đặc biệt vận hành nguồn lửa. (**CẢNH BÁO:** Kích thước ngọn lửa để thử nghiệm được đặt không đúng hoặc lắp bộ đánh lửa bằng điện không chính xác có thể có ảnh hưởng đáng kể đến kết quả của phép thử.)

9.4 Làm sạch cốc thử, nắp và các phụ kiện của nó bằng dung môi thích hợp (7.1) để loại bỏ tất cả các vết nhựa hoặc vết cặn từ các phép thử trước đó. Lau khô bằng giấy thấm. Có thể sử dụng dòng không khí sạch, khô để loại bỏ các vết dung môi được sử dụng còn lại. Có thể sử dụng thiết bị làm sạch dạng ống để làm sạch miệng nắp.

9.5 Đo và ghi lại áp suất trên khí áp kế (6.2) trước khi thực hiện phép thử.

9.6 Sử dụng detector chớp cháy nhiệt điện tử để đo điểm chớp cháy của điêzen sinh học như các metyl este của axit béo (FAME) (xem A.1.7).

9.7 Đối với nhiệt độ thử dưới nhiệt độ môi trường xem Điều A.4 Phụ lục A, trừ khi thiết bị có hỗ trợ bộ phận làm mát cốc thử.

10 Kiểm tra thiết bị

10.1 Kiểm tra xác nhận các thiết bị đo nhiệt độ phù hợp với A.1.2.2.

10.2 Kiểm tra tính năng vận hành của thiết bị ít nhất một lần trong một năm, bằng cách xác định điểm chớp cháy của chất chuẩn đã được chứng nhận (CRM) như đã nêu trong Điều A.2 Phụ lục A có điểm chớp cháy gần với dải nhiệt độ chớp cháy dự kiến của mẫu thử. Vật liệu chuẩn này được

thử nghiệm theo phương pháp B, Điều 12 và điểm chớp cháy quan sát thu được trong 12.1.6 và 12.1.6.1 sẽ được hiệu chỉnh theo áp suất trên khí áp kế (xem Điều 13). Điểm chớp cháy thu 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 chất chuẩn CRM chưa được nêu trong danh sách (xem Điều A.2).

10.3 Khi tính năng của thiết bị đã được kiểm tra, điểm chớp cháy cho chất chuẩn công tác thứ cấp (SWS) có thể được xác định cùng với giới hạn kiểm soát của chúng. Các chuẩn công tác thứ cấp này có thể sử dụng cho việc kiểm tra thường xuyên tính năng vận hành của thiết bị (xem Điều A.2).

10.4 Khi điểm chớp cháy thu được không nằm trong giới hạn nêu tại 10.2 hoặc 10.3, kiểm tra điều kiện thử và vận hành của thiết bị để đảm bảo sự phù hợp theo các quy định chi tiết nêu trong Điều A.1 Phụ lục A, đặc biệt lưu ý đến độ kín khít của nắp đậy (A.1.2.1.), hoạt động của cửa sập, kích thước và cường độ của nguồn lửa, vị trí của cửa nguồn lửa (A.1.3), hoạt động của detector chớp cháy (nếu có lắp) và hiệu chỉnh số đọc của thiết bị đo nhiệt độ. Sau mỗi lần chỉnh, lặp lại bước thử 10.2 hoặc 10.3 với lượng mẫu thử mới và chú ý thực hiện theo cách tiến hành đã nêu trong tiêu chuẩn này.

PHƯƠNG PHÁP A - THỬ CHỚP CHÁY/KHÔNG CHỚP CHÁY

11 Cách tiến hành

11.1 Để xác định đặc tính kỹ thuật, tiến hành phép thử chớp cháy/không chớp cháy tại một nhiệt độ (thực tế) cho phép hiệu chỉnh theo áp suất môi trường tại thời điểm thử nghiệm. Sử dụng các công thức sau để chuyển đổi nhiệt độ chớp cháy quy định sang nhiệt độ chớp cháy thực tế của phép thử và sau đó làm tròn số đến 0,5 °C (1 °F).

$$(I) \text{ Nhiệt độ chớp cháy thực tế, } ^\circ\text{C} = S_c - 0,25 (101,3 - A) \quad (1)$$

$$(II) \text{ Nhiệt độ chớp cháy thực tế, } ^\circ\text{C} = S_c - 0,03 (760 - B) \quad (2)$$

$$(III) \text{ Nhiệt độ chớp cháy thực tế, } ^\circ\text{F} = S_f - 0,06 (760 - B) \quad (3)$$

trong đó:

S_c là nhiệt độ chớp cháy quy định, hoặc dự kiến chưa hiệu chỉnh, °C;

S_f là nhiệt độ chớp cháy quy định, hoặc dự kiến chưa hiệu chỉnh, °F;

B là áp suất môi trường, mmHg;

A là áp suất môi trường, kPa.

TCVN 6608:2010

11.2 Kiểm tra bên trong cốc mẫu, nắp đậy về độ sạch và thao tác hiệu chỉnh, đặc biệt lưu ý đến độ kín khít của nắp đậy (A.1.2.1.), hoạt động của cửa sập, kích thước hoặc cường độ của nguồn lửa và vị trí của nó (A.1.3). Làm sạch, nếu cần (9.3). Đậy cốc thật cẩn thận.

11.3 Chọn thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất để đạt nhiệt độ thử và thời gian tiến hành thử nghiệm và chọn thể tích mẫu thử theo Bảng 1.

Bảng 1 - Điều kiện thử

Mẫu thử	Nhiệt độ thử	Thể tích mẫu	Thời gian thử
Tất cả trừ điêzen sinh học	$\leq 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (212 $^{\circ}\text{F}$)	2 mL	1 min
Tất cả trừ điêzen sinh học	$> 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (212 $^{\circ}\text{F}$)	4 mL	2 min
Điêzen sinh học	$\leq 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ (572 $^{\circ}\text{F}$)	2 mL	1 min

11.4 Khi nhiệt độ cốc đạt đến nhiệt độ thử, nạp mẫu thử vào xylanh thích hợp (A.1.5, A.1.6); đưa xylanh tới cửa nạp của thiết bị, cẩn thận không để thất thoát mẫu; bơm mẫu vào cốc bằng cách ấn toàn bộ pistong của xylanh xuống, tháo xylanh ra.

11.5 Bấm đồng hồ đo thời gian thử nghiệm; châm ngọn lửa mồi và điều chỉnh ngọn lửa thử (nếu sử dụng) đến kích thước khoảng 4 mm (5/32 in).

11.6 Khi đồng hồ chỉ vào cuối thời gian thử, đưa nguồn lửa vào bằng cách mở cửa sập một cách từ từ và đều đặn rồi đóng kín nó lại trong khoảng thời gian 2,5 s. Quan sát kỹ ánh chớp mỗi lần mở cốc thử.

Mẫu được coi là chớp cháy khi có ngọn lửa bùng to và tự nó lan truyền ngay trên bề mặt mẫu (xem 3.1.2). Đôi khi, nhất là khi gần với điểm chớp cháy thực, đưa nguồn lửa vào có thể tạo ra ngọn lửa quãng màu xanh hoặc to ra; nó không phải là điểm chớp cháy và nên bỏ qua.

11.7 Ghi lại kết quả thử chớp cháy (hoặc không chớp cháy) và nhiệt độ thử.

11.8 Tắt ngọn lửa mồi và ngọn lửa thử (nếu sử dụng). Đổ mẫu ra và làm sạch cốc và nắp đậy. Nếu cần thiết thì phải để thiết bị nguội đến mức an toàn trước khi rửa.

PHƯƠNG PHÁP B - XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHỚP CHÁY THỰC

12 Cách tiến hành

12.1 Quy trình này lặp lại một số lần các thao tác của Phương pháp A (từ 11.3 đến 1.8). Mỗi phép thử sử dụng một mẫu thử mới và một nhiệt độ thử khác. Việc thay đổi nhiệt độ thử cho phép xác định hai nhiệt độ với sự khác nhau giữa hai nhiệt độ này là 1 °C (2 °F) hoặc 0,5 °C (1 °F) trong đó nhiệt độ thấp hơn chưa gây ra chớp cháy trong khi nhiệt độ cao hơn đã gây ra chớp cháy (điểm chớp cháy).

12.1.1 Chọn nhiệt độ chớp cháy dự kiến làm nhiệt độ thử ban đầu và thực hiện theo quy trình từ 11.3 đến 11.8.

12.1.2 Nếu quan sát thấy chớp cháy thì lặp lại quy trình từ 11.3 đến 11.8 với mẫu thử mới cứ lần sau giảm 5 °C (9 °F) so với lần trước cho đến khi không còn nhìn thấy sự chớp cháy. Tiếp tục thực hiện từ 12.1.4.

12.1.3 Khi quan sát không thấy chớp cháy lặp lại thí nghiệm mẫu mới theo quy trình từ 11.3 đến 11.8 ở nhiệt độ cao hơn, cứ lần sau cao hơn lần trước 5 °C (9 °F) cho đến khi quan sát thấy chớp cháy.

12.1.4 Khi đã xác định được sự chớp cháy và chớp cháy ở giữa hai nhiệt độ cách nhau 5 °C (9 °F), lặp lại với khoảng tăng nhiệt độ là 1 °C (2 °F), bắt đầu từ nhiệt độ thấp hơn trong hai nhiệt độ trên cho đến khi có chớp cháy.

12.1.5 Ghi lại nhiệt độ của phép thử khi xuất hiện chớp cháy là điểm chớp cháy, có tính đến tất cả các sự hiệu chỉnh nhiệt kế đã biết.

12.1.6 Xác định điểm chớp cháy theo 12.1.4 có độ chính xác đến 1 °C (2 °F). Nếu cần có độ chính xác cao (tức là chính xác đến 0,5 °C (1 °F)) thì tiến hành thử mẫu mới ở nhiệt độ thử thấp hơn 0,5 °C (1 °F) so với nhiệt độ mà tại đó quan sát thấy sự chớp cháy như trong 12.1.4. Nếu không có chớp cháy, báo cáo nhiệt độ như trong 12.1.4 là điểm chớp cháy chính xác đến 0,5 °C (1 °F). Nếu có chớp cháy ở nhiệt độ thấp hơn (12.1.6) thì báo cáo nhiệt độ đó là điểm chớp cháy.

12.1.7 Tắt ngọn lửa môi và ngọn lửa thử, nếu sử dụng. Khi nhiệt độ cốc thử hạ đến mức an toàn, lấy mẫu ra và làm sạch cốc và nắp đậy.

13 Tính toán kết quả

13.1 Phương pháp A

Không cần thiết phải tính toán do ảnh hưởng của áp suất khí áp kế đã được hiệu chỉnh trong các công thức từ 1 đến 3 trong 11.1.

TCVN 6608:2010

Nếu chưa hiệu chỉnh ảnh hưởng của áp suất khí áp kể trước khi thử chớp cháy/không chớp cháy, thì sẽ sử dụng công thức từ 4 đến 6 để tính nhiệt độ thử đã hiệu chỉnh.

$$(I) \text{ Nhiệt độ thử (quy định) hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,25 (101,3 - A) \quad (4)$$

$$(II) \text{ Nhiệt độ thử (quy định) hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{F)} = F + 0,06 (760 - B) \quad (5)$$

$$(III) \text{ Nhiệt độ thử (quy định) hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,03 (760 - B) \quad (6)$$

trong đó:

C là nhiệt độ thử thực, tính bằng $^{\circ}\text{C}$;

F là nhiệt độ thử thực, tính bằng $^{\circ}\text{F}$;

A là áp suất môi trường trên khí áp kế, tính bằng kPa;

B là áp suất môi trường trên khí áp kế, tính bằng mmHg.

13.2 Phương pháp B – Nếu áp suất môi trường (9.5) trên khí áp kế khác 101,3 kPa (760 mmHg), hiệu chỉnh điểm chớp cháy như sau:

$$(I) \text{ Nhiệt độ chớp cháy hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,25 (101,3 - A) \quad (7)$$

$$(II) \text{ Nhiệt độ chớp cháy hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{F)} = F + 0,06 (760 - B) \quad (8)$$

$$(III) \text{ Nhiệt độ chớp cháy hiệu chỉnh (}^{\circ}\text{C)} = C + 0,03 (760 - B) \quad (9)$$

trong đó:

C là điểm chớp cháy quan sát được, tính bằng $^{\circ}\text{C}$;

F là điểm chớp cháy quan sát được, tính bằng $^{\circ}\text{F}$;

A là áp suất môi trường trên khí áp kế, tính bằng kPa;

B là áp suất môi trường trên khí áp kế, tính bằng mmHg.

14 Báo cáo kết quả

14.1 Khi sử dụng Phương pháp A (chớp cháy/không chớp cháy), báo cáo hiện tượng chớp cháy (hoặc không có chớp cháy) tại mức nhiệt độ quy định (đã hiệu chỉnh) (ghi nhiệt độ) và báo cáo chính xác đến 0,5 $^{\circ}\text{C}$ (1 $^{\circ}\text{F}$) và ghi Phương pháp thử A.

14.2 Khi sử dụng phương pháp thử B (xác định điểm chớp cháy) báo cáo điểm chớp cháy đã được hiệu chỉnh chính xác đến 0,5 $^{\circ}\text{C}$ (1 $^{\circ}\text{F}$) và ghi Phương pháp thử B.

14.3 Báo cáo đặc điểm của vật liệu thử, ngày thử nghiệm và tất cả các sai số, theo thỏa thuận hoặc không từ các quy trình xác định.

15 Độ chụm và độ chệch

15.1 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp này xác định theo phương pháp thống kê các kết quả liên phòng thí nghiệm, cụ thể như sau. Xem Điều A.3 Phụ lục A để biết độ chụm tạm thời của các metyl este của axit béo (FAME).

CHÚ THÍCH 2: Độ chụm hoặc độ chệch tương đối chưa được xác định khi sử dụng bộ đánh lửa bằng điện. Tuy nhiên, hiện đã có các dữ liệu bổ sung có bao gồm khoảng nhiệt độ từ 22 °C đến 110 °C. Đang lập kế hoạch thực hiện các thí nghiệm liên phòng liên kết với Viện năng lượng để lập lại độ chụm cho phương pháp này và lập độ thống nhất giữa các bộ đánh lửa bằng khí và bằng điện.

15.1.1 Độ lặp lại

Là sự chênh lệch giữa hai kết quả thử nhận được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, dưới các điều kiện thử không đổi, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị quy định trong Bảng 2.

Khoảng nhiệt độ	Độ lặp lại
20 °C đến 70 °C	0,5 °C
Trên 70 °C	$0,022 M^{0,9} \text{ °C}$

trong đó: M là giá trị trung bình của hai kết quả thử.

15.1.2 Độ tái lập

Là sự chênh lệch giữa hai kết quả thử độc lập, nhận được do hai thí nghiệm viên khác nhau làm việc trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt giá trị quy định trong Bảng 2.

Khoảng nhiệt độ	Độ tái lập
20 °C đến 70 °C	$0,03 (M + 29) \text{ °C}$
Trên 70 °C	$0,083 M^{0,9} \text{ °C}$

trong đó: M là giá trị trung bình của hai kết quả thử.

15.3 Độ chệch

Phương pháp này không có độ chệch vì điểm chớp cháy được xác định chỉ trong phạm vi phương pháp này.

Bảng 2 - Độ lặp lại và độ tái lập

Nhiệt độ, °C	Độ lặp lại, °C	Độ tái lập, °C
20	0,5	1,5
70	0,5	3,0
93	1,3	4,9
149	2,0	7,5
204	2,6	10,0
260	3,3	12,4

Phụ lục A

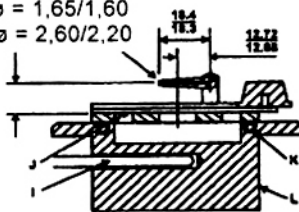
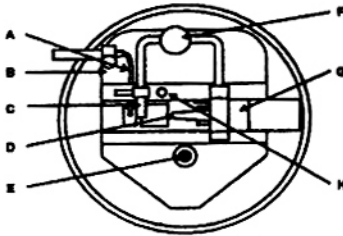
(Quy định)

A.1 Thiết bị thử chớp cháy

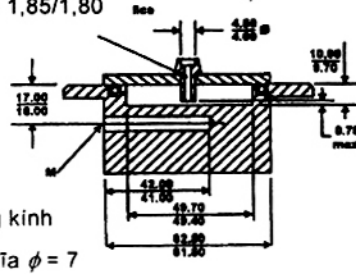
A.1.1 Thiết bị thử chớp cháy, xem Hình A.1 và Bảng A.1.

- A Detector chớp cháy (tùy chọn)
 B Nắp
 C Đầu dẫn ngọn lửa mỗi
 D Đầu phun ngọn lửa thử
 E Miệng nạp
 F Núm điều chỉnh ngọn lửa thử
 G Cửa sập
 H Đo ngọn lửa thử
 I Nhiệt kế
 J Hốc để đặt detector
 K Gioăng nắp
 L Bộ cốc thử
 M Hồ nhiệt kế

Lỗ đầu phun
 Đường kính trong $\phi = 1,65/1,60$
 Đường kính ngoài $\phi = 2,60/2,20$

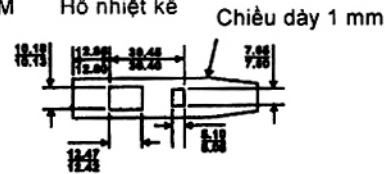


Lỗ miệng nạp

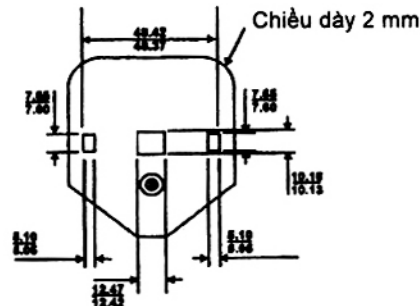
 $\phi = 1,85/1,80$ 

Đường kính
 danh nghĩa $\phi = 7$

Cốc thử và nắp



Cửa sập



Nắp

CHÚ THÍCH: Các kích thước tính theo milimét.

Hình A.1 - Bộ cốc thử và nắp

Bảng A.1 - Kích thước cơ bản của thiết bị thử cháy

mm	
<i>Blốc mẫu:</i>	
Đường kính blốc	61,5 - 62,5
Đường kính hốc mẫu	49,40 - 49,70
Chiều sâu hốc mẫu	9,70 - 10,00
Từ đỉnh của blốc đến tâm của hốc nhiệt kế	16,00 - 17,00
Đường kính của hốc nhiệt kế	xấp xỉ 7,00
<i>Nắp:</i>	
Chiều dài của lỗ mở to	12,42 - 12,47
Chiều rộng của lỗ mở to	10,13 - 10,18
Chiều dài của lỗ mở nhỏ	5,05 - 5,10
Chiều rộng của lỗ mở nhỏ	7,60 - 7,65
Khoảng cách giữa 2 mép xa nhất của các lỗ mở nhỏ	48,37 - 48,42
Đường kính miệng nạp	4,00 - 4,50
Đường kính ống nạp	1,80 - 1,85
Khoảng cách lớn nhất của ống nạp kể từ đáy hốc mẫu có nắp đậy	0,75 max
<i>Cửa sập:</i>	
Chiều dài của lỗ mở to	12,42 - 12,47
Chiều rộng của lỗ mở to	10,13 - 10,18
Chiều dài của lỗ mở nhỏ	5,05 - 5,10
Chiều rộng của lỗ mở nhỏ	7,60 - 7,65
Từ mép của lỗ mở to đến cuối cửa sập	12,80 - 12,85
Các giá trị lớn nhất của lỗ mở to và lỗ mở nhỏ	30,40 - 30,45
<i>Đầu phun ga:</i>	
Chiều dài đầu phun ga	18,30 - 18,40
Đường kính ngoài đoạn cuối của đầu phun	2,20 - 2,60
Đường kính của đầu phun	1,60 - 1,65
Chiều cao từ tâm của đầu phun đến đỉnh nắp	11,00 - 11,20
Trụ của đầu phun đến tâm của blốc có nắp đậy	12,68 - 12,72
<p>^A Chốt hoặc vòng đệm gioăng sử dụng để bịt kín khi đậy nắp phải được làm bằng vật liệu chịu nhiệt có khả năng chịu nhiệt độ thử và các vật liệu được thử nghiệm.</p> <p>^B Khi đặt thiết bị đo nhiệt độ thử phải được đặt tiếp xúc nhiệt tốt nhất với bộ cốc thử.</p>	

A.1.2 Cốc thử, là một khối hợp kim nhôm hoặc kim loại không gỉ, có độ dẫn nhiệt thích hợp và có hốc hình trụ, có nắp nắp đậy phía trên. Dụng cụ đo nhiệt độ được cắm vào khối kim loại.

A.1.2.1 Nắp được lắp khít với cửa sập mở và một thiết bị có khả năng đưa được nguồn lửa vào cốc thử khi cửa sập mở. Khi đưa vào, đầu phun của nguồn lửa sẽ đi ngang qua mặt dưới của nắp. Nắp có miệng để rót mẫu vào hốc và có kẹp phù hợp để giữ chặt với khối kim loại. Ba lỗ mở trên nắp nằm trong phạm vi đường kính của hốc mẫu. Khi tắm trượt để ở vị trí mở, hai lỗ mở trên tấm trượt sẽ trùng khít với hai lỗ mở tương ứng trên nắp.

A.1.2.2 Bếp điện được tiếp xúc với cốc sao cho đảm bảo sự truyền nhiệt. Trong suốt quá trình thử bộ phận điều khiển nhiệt giữ nhiệt độ ổn định trong vùng không có gió trong khoảng $\pm 0,5$ °C ($\pm 1,0$ °F) đối với phép thử ở nhiệt độ nhỏ hơn 100 °C, và $\pm 2,0$ °C ($\pm 4,0$ °F) đối với phép thử ở nhiệt độ lớn hơn 100 °C. Có thể làm mát cốc bằng thiết bị cảm biến Peltier, thiết bị làm lạnh từ bên ngoài hoặc cho chất làm mát vào (xem Điều A.4).

A.1.3 Ngọn lửa thử và ngọn lửa môi, để cho vào cốc mẫu tạo chớp cháy và ngọn lửa môi để duy trì ngọn lửa thử, nếu yêu cầu. Khi đưa ngọn lửa thử vào, đầu phun của nguồn lửa sẽ đi ngang qua mặt dưới của nắp. Ngọn lửa thử có thể lấy từ bình chứa propan hoặc butan bên ngoài hoặc từ bình chứa butan hoặc butan đi kèm thiết bị (**CẢNH BÁO**: Không nạp hoặc thay bình ga của thiết bị ở nhiệt độ cao, hoặc khi có ngọn lửa thử hoặc ngọn lửa môi đang cháy hoặc gần những nguồn lửa khác). Trên nắp của thiết bị, gần ngọn lửa thử gắn một vòng chuẩn có đường kính 4 mm (5/32 in), điều chỉnh ngọn lửa thử sao cho có kích thước giống hệt vật đo. Cho phép sử dụng một bộ đánh lửa có nắp và cơ cấu hạ xuống cốc thử phù hợp (A.1.10), tuy nhiên chưa xác định được độ chụm và mức độ phù hợp với bộ đánh lửa bằng khí. Bộ đánh lửa bằng điện là dạng điện trở (dây nóng) và phần đốt ở vị trí nằm ngang và quét qua mặt dưới của nắp. Thực hiện theo hướng dẫn của nhà sản xuất để đảm bảo hoạt động của bộ đánh lửa là chính xác. Trong trường hợp có tranh cãi, thì bộ đánh lửa bằng khí được sử dụng là chuẩn.

A.1.4 Tín hiệu âm thanh, báo cho người vận hành biết để cho nguồn lửa vào trong cốc.

A.1.5 Xylanh, kèm theo có mũi kim phù hợp với thiết bị, đã điều chỉnh để cung cấp 2,00 mL \pm 0,05 mL. Được phép sử dụng khối này hai lần để lấy 4 mL mẫu thử.

A.1.6 Xylanh, kèm theo có mũi kim phù hợp với thiết bị, đã điều chỉnh để cung cấp 4,0 mL \pm 0,1 mL.

A.1.7 Detector chớp cháy (tùy chọn), là thiết bị cặp nhiệt điện với khối lượng nhỏ để phát hiện điểm chớp cháy. Điểm chớp cháy được chỉ báo nếu nhận thấy nhiệt độ tăng lên 6,0 °C (10 °F) trong khoảng 100 ms.

A.1.8 Bộ đếm giờ, đồng hồ điện tử.

TCVN 6608:2010

A.1.9 Dụng cụ đo nhiệt độ, chất lỏng trong nhiệt kế thủy tinh hoặc thiết bị đo nhiệt độ bằng điện với độ chính xác nhỏ hơn 0,5 °C (1 °F) đo nhiệt độ đến 100 °C và độ chính xác 2,0 °C (4 °F) khi đo nhiệt độ cao hơn 100 °C.

A.1.10 Màn chắn bộ đánh lửa bằng điện, màn chắn kim loại hoặc màn chắn quang học bảo vệ người vận hành khỏi bộ đánh lửa bằng điện. Chỉ yêu cầu khi bộ đánh lửa bằng điện được sử dụng.

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 % tinh 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 Hướng dẫn báo cáo nghiên cứu của ASTM hoặc Hướng dẫn ISO 34 và 35.

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 các CRM 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. (Xem giá trị nghiên cứu được báo cáo.)

Bảng A.2.1 – Giá trị điểm chớp cháy đặc trưng TCVN 6608 (ASTM D 3828) và giới hạn đặc trưng cho CRM

Hydrocacbon	Độ tinh khiết, % mol	Điểm chớp cháy, °C	Giới hạn, °C
n-decan K	99+	49,7	± 1,6
n-undecan	99+	65,9	± 1,9

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 có thể có trong báo cáo nghiên cứu.

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 trường 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 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 RR:D02-1007 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.

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.

Thiết lập điểm chớp cháy trung bình và các giới hạn kiểm soát thống kê (3 σ) cho chuẩn công tác thứ cấp (SWS) sử dụng các kỹ thuật thống kê tiêu chuẩn (xem ASTM D 6299).

A.3 Độ chụm của este metyl axit béo (FAME)

A.3.1 Khái quát

Một bản kiến nghị toàn Châu Âu đã được thực hiện dựa trên việc sử dụng Phương pháp thử EN ISO 3679 năm 2001 cùng với một cuộc thử nghiệm kỹ lưỡng. Tham gia vào bản kiến nghị có 10 phòng thử nghiệm đã thực hiện thí nghiệm trên 10 mẫu thử đúp đã được mã hóa (20 chai mẫu cho mỗi phòng thử nghiệm tham gia bản kiến nghị). Sử dụng hai loại FAME: hạt cải và hạt hướng dương. Mỗi một loại mẫu thử được pha với (0; 0,05; 0,1; 0,2 và 0,5) % metanol.

A.3.2 Tính tương đương

EN ISO 3679 (IP 523) và Phương pháp thử kết hợp chớp cháy – không chớp cháy EN ISO 3680 (IP 524) là tương đương về mặt kỹ thuật với ASTM D 3828 và sử dụng quy trình, dụng cụ thiết bị và độ chụm như nhau.

A.3.3 Độ chụm và độ chệch

A.3.3.1 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp này xác định theo phương pháp thống kê các kết quả liên phòng thí nghiệm, cụ thể như sau.

A.3.3.1.1 Độ lặp lại

Là sự chênh lệch giữa hai kết quả thử nhận được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, dưới các điều kiện thử không đổi, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị quy định trong Bảng 2.

$$\text{Độ lặp lại} = 1,9 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

A.3.3.1.2 Độ tái lập

Là sự chênh lệch giữa hai kết quả thử độc lập, nhận được do hai thí nghiệm viên khác nhau làm việc trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt giá trị quy định trong Bảng 2.

$$\text{Độ tái lập} = 15 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

A.3.3.2 Độ chệch

Phương pháp này không có độ chệch vì điểm chớp cháy được xác định chỉ trong phạm vi phương pháp này.

A.4 Thử nghiệm ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ môi trường với thiết bị thử công không có phương tiện làm lạnh cốc thử

A.4.1 Thiết bị sử dụng nhiệt kế thủy tinh có chứa chất lỏng, tất bộ cấp nhiệt cho cốc thử.

Nếu thiết bị thử công sử dụng nhiệt kế điện tử thì theo hướng dẫn của nhà sản xuất để đạt nhiệt độ thử dưới nhiệt độ môi trường như yêu cầu của phép thử.

A.4.2 Đưa tác nhân làm lạnh vào khối làm lạnh. Khi nhiệt độ dự kiến hoặc nhiệt độ quy định không nhỏ hơn 5 °C (40 °F) thì có thể dùng nước hoặc đá vụn làm lạnh. Nếu cần nhiệt độ dưới 5 °C (40 °F) thì dùng chất làm lạnh phù hợp như CO₂ thể rắn (băng khô) và axeton (**CẢNH BÁO:** Axeton là chất rất dễ cháy. Không được để băng khô tiếp xúc với mắt hoặc da). Nếu chất làm lạnh không có sẵn, có thể theo hướng dẫn của nhà sản xuất tìm phương pháp làm lạnh khác. Mở nắp và đặt khối làm lạnh vào cốc mẫu, thực hiện cẩn thận tránh làm hỏng và hư hại cốc. Khi số đọc trên nhiệt kế chỉ nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ dự kiến khoảng 10 °C (18 °F), lấy khối làm lạnh ra khỏi cốc và dùng giấy thấm lau khô cốc và nắp cốc một cách nhanh nhất để không còn hơi ẩm. Ngay lập tức đóng nắp cốc và kẹp chặt nắp. (**CẢNH BÁO:** Nếu sử dụng nhiệt kế thủy tinh có chứa thủy ngân thì không được làm lạnh mẫu dưới - 38 °C (- 36 °F), đó là điểm băng của thủy ngân.) Dùng xylanh chuẩn bị đưa mẫu vào, cả xylanh và mẫu đều được làm lạnh đến nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ thử dự kiến ít nhất 10 °C (18 °F).

A.4.3 Điều chỉnh ngọn lửa thử và để nhiệt độ của cốc thử tăng lên trong môi trường xung quanh cho đến khi đạt được nhiệt độ thử yêu cầu. Ngay lúc đó đưa ngọn lửa thử vào. Quan sát chớp cháy khi mở nắp cốc.

A.4.4 Để xác định điểm chớp cháy của bất kỳ loại vật liệu nào thì lặp lại thử nghiệm, mỗi lần đều là mẫu thử mới theo các bước nêu trong 12.1.