

**TCVN 2693 : 2007
ASTM D 93 – 06**

Xuất bản lần 3

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

*Petroleum products – Test method for determination
of flash point by Pensky-Martens closed cup tester*

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 2693 : 2007 thay thế TCVN 2693 : 1995 (ASTM D 93 - 90).

TCVN 2693 : 2007 được xây dựng trên cơ sở hoàn toàn tương đương với ASTM D 93 - 06 *Standard Test Method for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 93 - 06 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 2693 : 2007 do Tiểu ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn 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

Phương pháp thử xác định điểm chớp cháy này là một phương pháp thử động lực học và phụ thuộc vào tốc độ tăng nhiệt độ xác định để kiểm soát độ chụm của phương pháp. Trong mọi trường hợp, tốc độ gia nhiệt nhanh có thể không cho kết quả chính xác, do bản chất dẫn nhiệt kém của của một số vật liệu thử. Để giúp việc dự đoán khả năng cháy của vật liệu, phương pháp thử ASTM D 3941 sử dụng tốc độ gia nhiệt chậm hơn. Điều này cho phép hơi trên bề mặt mẫu thử và bản thân mẫu thử được giữ ở cùng một nhiệt độ. Nếu tiêu chuẩn Yêu cầu kỹ thuật quy định phương pháp thử theo TCVN 2693 (ASTM D 93), thì không được đổi sang sử dụng phương pháp ASTM D 3941 nếu không có các số liệu tương ứng, hoặc phương pháp khác nếu không được sự thoả thuận.

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 phương pháp thử tiêu chuẩn và không có mối tương quan 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 Pensky-Martens

Petroleum products – Test method for determination of flash point by Pensky-Martens closed cup tester

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định điểm chớp cháy của các sản phẩm dầu mỏ trong khoảng nhiệt độ từ 40 °C đến 360 °C bằng thiết bị cốc kín Pensky-Martens tự động hoặc thủ công.

CHÚ THÍCH 1 Đối với điểm chớp cháy trên 250 °C, chưa xác định được độ chụm. Đối với các loại nhiên liệu cặn, chưa xác định độ chụm cho điểm chớp cháy trên 100 °C.

1.2 Quy trình A áp dụng cho các loại nhiên liệu chưng cất (điêzen, dầu hoả, dầu đốt lò, nhiên liệu tuốc bin), các loại dầu bôi trơn mới, và các chất lỏng dầu mỏ đồng nhất khác không nằm trong phạm vi áp dụng của qui trình B.

1.3 Quy trình B áp dụng cho các loại dầu nhiên liệu cặn, cặn phân đoạn, các loại dầu bôi trơn đã qua sử dụng, các hỗn hợp dầu mỏ lỏng có lẫn tạp chất rắn, các chất lỏng dầu mỏ có xu hướng tạo màng bề mặt dưới các điều kiện thử nghiệm, hoặc các chất lỏng dầu mỏ có độ nhớt động học làm cho sự gia nhiệt không đồng đều dưới các điều kiện gia nhiệt và khuấy của qui trình A.

1.4 Có thể áp dụng các qui trình này để phát hiện sự nhiễm bẩn của các vật liệu cháy hoặc bay hơi vào các vật liệu không cháy, hoặc không bay hơi.

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

CHÚ THÍCH 2 Trong các phương pháp xác định điểm chớp cháy, nhiệt kế có thang đo theo độ C và thang đo theo độ F đã rất thông dụng trong nhiều thập kỷ qua. Tuy nhiên các vạch chia trên thang đo là không giống nhau. Nhiệt kế thang đo theo độ F có các vạch chia từng 5°, nên không thể đọc được 2 °C tương đương 3,6 °F. Vì vậy tùy theo việc áp dụng qui trình nào thì sử dụng các nhiệt kế có thang đo nhiệt độ phù hợp. Trong phương pháp này quy định như sau: nhiệt độ được qui đổi tương đương sang độ F và được ghi trong ngoặc đơn ngay sau đơn vị của hệ SI, ví dụ 370 °C (698 °F). Khi cần ghi số đo nhiệt độ theo thang đo có đơn vị khác, thì ghi chữ "hoặc", ví dụ 2 °C hoặc 5 °F.

1.6 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 khoẻ cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng. Các lời cảnh báo về nguy hiểm xem 6.4, 7.1, 9.3, 9.4, 11.1.2, 11.1.4, và 12.1.2.

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 sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.

TCVN 7485 (D 56) Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp xác định điểm chớp cháy bằng thiết bị thử cốc kín Tag.

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 (Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu tự động).

ASTM E 1 Specification for ASTM thermometers (Quy định kỹ thuật đối với nhiệt kế ASTM).

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

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 (ISO Guide 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 (ISO Guide 35 Chứng nhận phù hợp các chất chuẩn – Quy định chung và các nguyên tắc thống kê).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 Định nghĩa

3.1.1

Điều kiện không cân bằng động học của sản phẩm dầu mỏ (dynamic in petroleum products)

Điều kiện khi pha hơi ở phía trên mẫu thử và của mẫu thử không ở cùng một nhiệt độ tại thời điểm có tác động của nguồn gây cháy.

3.1.1.1 *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.

3.1.2

Điều kiện cân bằng của sản phẩm dầu mỏ (equilibrium in petroleum products)

Điều kiện khi pha hơi ở phía trên mẫu và của mẫu thử có cùng nhiệt độ tại thời điểm xuất hiện nguồn gây cháy (ngọn lửa môi).

3.1.2.1 *Giải thích* - Trên thực tế điều kiện này có thể không có, vì nhiệt độ trong mẫu thử không đồng đều, nắp và cửa sập của thiết bị thử có thể nguội hơn.

3.1.3

Điểm chớp cháy của sản phẩm dầu mỏ (flash point in petroleum products)

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

3.1.3.1 *Giải thích* - Mẫu được coi là chớp cháy khi đưa ngọn lửa vào và tự nó cháy lan ngay trên bề mặt của mẫu;

3.1.3.2 *Giải thích* – Khi nguồn gây cháy là ngọn lửa thử 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.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Cốc thử bằng đồng thau có kích thước xác định. Đổ mẫu thử vào cốc đến vạch mức bên trong, dùng nắp có kích thước quy định đậy lại, sau đó gia nhiệt cốc và khuấy mẫu với tốc độ quy định theo một trong hai qui trình (A hoặc B). Đưa trực tiếp nguồn gây cháy vào cốc thử theo các khoảng thời gian đều đặn, đồng thời dừng khuấy mẫu, tiến hành như vậy cho đến khi sự xuất hiện chớp cháy (xem 3.1.3.1). Báo cáo điểm chớp cháy theo 3.1.3.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Nhiệt độ chớp cháy là số đo về xu hướng của mẫu thử tạo thành hỗn hợp dễ cháy với không khí trong các điều kiện kiểm soát của phòng thí nghiệm. Đây chỉ là một trong các tính chất phải cân nhắc trong việc đánh giá tổng thể về nguy hiểm cháy của nhiên liệu.

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 vật liệu *dễ cháy* và *có thể gây cháy*. Cần tham khảo thêm các quy định cụ thể về các định nghĩa phân loại nhiên liệu.

TCVN 2693 : 2007

CHÚ THÍCH 3 Cục Giao thông (DOT) và Cục Lao động Mỹ (OSHA) đã xác định là các loại chất lỏng được xác định theo các phương pháp này, có điểm chớp cháy dưới 37,8 °C (100 °F) là các chất dễ cháy, các chất lỏng này có độ nhớt động học bằng 5,8 mm²/s (cSt) hoặc lớn hơn tại nhiệt độ 37,8 °C hoặc bằng hoặc lớn hơn 9,5 mm²/s (cSt) tại nhiệt độ 25 °C (77 °F), hoặc có chứa các cặn lơ lửng, hoặc có xu hướng tạo màng trên bề mặt trong điều kiện thử nghiệm. 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.

5.3 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 nguồn gây cháy 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 thực tế. Tuy vậy, kết quả thử nghiệm theo phương pháp này có thể sử 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.

5.4 Phương pháp này chỉ đưa ra các qui trình thử điểm chớp cháy cốc kín đến nhiệt độ 370 °C (698 °F).

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 *Thiết bị cốc kín Pensky-Martens (thủ công)* – Bao gồm cốc thử, nắp, cửa sập, dụng cụ khuấy, nguồn gia nhiệt, ngọn lửa môi, bể không khí và tấm đáy, như mô tả trong Phụ lục A.1. Thiết bị thủ công được lắp ráp với cốc thử và nắp, việc lắp ráp được mô tả tương ứng trên Hình A.1.1-A.1.4.

6.2 *Thiết bị cốc kín Pensky-Martens (tự động)* – Đây là thiết bị xác định điểm chớp cháy tự động, có khả năng thực hiện phép thử theo điều 11 (Qui trình A) và điều 12 (Qui trình B) của tiêu chuẩn này. Thiết bị này sử dụng cốc thử, nắp, cửa sập, dụng cụ khuấy, nguồn gia nhiệt và ngọn lửa môi như mô tả trong Phụ lục A.1.

6.3 *Dụng cụ đo nhiệt độ* – Dùng nhiệt kế có khoảng đo như nêu dưới đây và phù hợp ASTM E 1 hoặc Phụ lục A 3, hoặc dùng dụng cụ đo nhiệt độ bằng điện, như nhiệt kế điện trở hoặc cặp nhiệt điện. Các dụng cụ này phải có cảm ứng nhiệt độ như các nhiệt kế thủy ngân.

Dải nhiệt độ	Số hiệu nhiệt kế	
	ASTM	IP
- 5 °C đến 110 °C (20 °F đến 230 °F)	9C (9F)	15C
+ 10 °C đến 200 °C (50 °F đến 392 °F)	88C (88F)	101C
+ 90 °C đến 370 °C (200 °F đến 700 °F)	10C (10F)	16C

6.4 *Ngọn lửa môi* – Dùng khí đốt thiên nhiên, khí đốt đóng chai và môi lửa điện (dây nóng) là phù hợp. Hình A.1.4 mô tả dụng cụ dùng ngọn lửa khí đốt, dùng ngọn lửa thử như mô tả tại A.1.1.2.3.

Hệ thống môi lửa điện là loại dây nóng sẽ định vị phần nung nóng của đầu đốt tại lỗ hở của nắp cốc theo đúng cách như dụng cụ dùng ngọn lửa bằng khí đốt. (**Cảnh báo** – Áp suất khí đốt dùng cho thiết bị thử nghiệm không được lớn hơn 3 kPa (12 in.) so với áp suất nước).

6.5 Áp kế – Có độ chính xác đến $\pm 0,5$ kPa.

CHÚ THÍCH 4 Áp suất khí quyển dùng để tính toán là áp suất môi trường tại thời điểm thử của phòng thí nghiệm. Nhiều khí áp kế sử dụng tại các trạm khí tượng và các sân bay, đã được hiệu chỉnh về áp suất so với mực nước biển và các áp kế này không cho các số đọc đúng cho phép thử này.

7 Thuốc thử và vật liệu

7.1 Dung môi làm sạch – Sử dụng loại dung môi phù hợp để làm sạch hết mẫu trong cốc thử, làm khô cốc và nắp. Các loại dung môi thông dụng là toluen và axeton. (**Cảnh báo** – Toluene, axeton và nhiều dung môi khác là các chất dễ cháy và có hại cho sức khỏe. Việc thải các dung môi và xử lý chất thải phải theo các quy định hiện hành).

8 Lấy mẫu

8.1 Lấy mẫu theo TCVN 6777 (ASTM D 4057), ASTM D 4177, hoặc ASTM E 300.

8.2 Lấy ít nhất 75 ml mẫu cho mỗi lần thử. Xem TCVN 6777 (ASTM D 4057). Khi nhận mẫu dầu cặn, đổ vào bình chứa mẫu đầy đến từ 85 % đến 95 %. Đối với các loại mẫu khác, chọn bình chứa mẫu sao cho chứa không nhiều hơn 85 % hoặc ít hơn 50 % trước khi đem thử.

8.3 Các mẫu để thử liên tục có thể lấy từ cùng bình chứa. Lặp lại các phép thử có kết quả phù hợp độ chụm quy định đối với các mẫu thứ hai lấy từ bình chứa mẫu đầy đến 50 %. Nếu lượng mẫu chứa trong bình dưới 50 % thì có thể ảnh hưởng đến kết quả của điểm chớp cháy.

8.4 Phải chú ý các điều cảnh báo để tránh các hao hụt do nhiên liệu bay hơi, gây sai lỗi nhiều cho điểm chớp cháy. Không mở bình chứa mẫu nếu không cần, để ngăn sự hao hụt do bay hơi hoặc hút ẩm, hoặc cả hai. Không bảo quản mẫu ở nhiệt độ trên 35 °C hoặc 95 °F. Các mẫu bảo quản được nắp chặt bên trong. Chỉ dịch chuyển mẫu khi nhiệt độ của mẫu thấp hơn nhiệt độ chớp cháy dự kiến ít nhất là 18 °C hoặc 32 °F.

8.5 Không bảo quản mẫu trong bình thẩm thấu khí, nhiên liệu có thể khuếch tán qua thành bình. Các mẫu lấy từ bình bị rò rỉ là không tin cậy và không là cơ sở của các kết quả có giá trị.

8.6 Các mẫu có độ nhớt cao sẽ được gia nhiệt trong bình chứa, khi gia nhiệt đầy hé nắp tránh tạo áp suất, gây nguy hiểm; tiến hành gia nhiệt trong 30 phút tại nhiệt độ thấp nhất đủ để hoá lỏng chất rắn, nhiệt độ thấp hơn điểm chớp cháy dự kiến không quá 28 °C hoặc 50 °F. Nếu mẫu không được hoá lỏng hoàn toàn, kéo dài thời gian gia nhiệt thêm 30 phút nữa. Sau đó khuấy mẫu nhẹ theo chiều ngang trước khi chuyển sang cốc thử. Chỉ gia nhiệt và dịch chuyển mẫu khi nhiệt độ

TCVN 2693 : 2007

của mẫu thấp hơn nhiệt độ chớp cháy dự kiến ít nhất là 18 °C hoặc 32 °F. Khi mẫu đã được gia nhiệt trên nhiệt độ này, thì trước khi chuyển mẫu, để nguội mẫu đến nhiệt độ thấp hơn điểm chớp cháy dự kiến ít nhất là 18 °C hoặc 32 °F .

CHÚ THÍCH 5 Khi gia nhiệt, nếu không đầy bình chứa mẫu đúng quy định thì hơi nhiên liệu bị thất thoát.

CHÚ THÍCH 6 Một vài mẫu nhớt vẫn không hoá lỏng sau khi gia nhiệt bổ sung. Phải cẩn thận khi tăng nhiệt độ gia nhiệt để tránh hao hụt do bay hơi, hoặc tránh gia nhiệt mẫu tại nhiệt độ sát với nhiệt độ chớp cháy.

8.7 Các mẫu chứa nước hoà tan hoặc tự do có thể dùng canxi clorua để làm khan hoặc lọc qua giấy lọc định tính hoặc bông thấm nước. Cho phép hâm nóng mẫu, nhưng không hâm lâu hoặc hâm đến nhiệt độ cao hơn 18 °C hoặc 32 °F dưới nhiệt độ của điểm chớp cháy dự kiến.

CHÚ THÍCH 7 Nếu nghi ngờ mẫu chứa các tạp chất bay hơi, bỏ qua việc xử lý nêu tại 8.6 và 8.7.

9 Chuẩn bị thiết bị

9.1 Đặt thiết bị thử công hoặc tự động trên một mặt phẳng chắc chắn, như ở trên bàn.

9.2 Tiến hành thử tại nơi kín gió, hoặc trong phòng. Không thử ở nơi có tủ hút hay gần quạt thông gió.

CHÚ THÍCH 8 Để ngăn gió lùa, gây nhiễu hơi trên cốc thử, dùng tấm chắn có kích thước khoảng 460 mm (18 in.) và cao 610 mm (24 in.) hoặc có kích thước phù hợp và có lỗ mở phía trước.

CHÚ THÍCH 9 Đối với các mẫu mà hơi hoặc sản phẩm nhiệt phân gây khó chịu, cho phép đặt thiết bị thử dọc theo tấm chắn gió trong tủ hút, điều chỉnh gió sao cho hơi thoát được mà không tạo dòng không khí trên nắp cốc thử khi đưa ngọn lửa môi vào.

9.3 Chuẩn bị thiết bị thử công hoặc tự động theo hướng dẫn của nhà sản xuất để thực hiện hiệu chuẩn, kiểm tra và vận hành thiết bị. (**Cảnh báo** – Áp suất khí đốt dùng cho thiết bị thử không được lớn hơn 3 kPa (12 in.) so với áp suất nước).

9.4 Trước khi thử, rửa sạch và làm khô tất cả các bộ phận của cốc thử và phụ tùng, đảm bảo không còn vết dung môi đã dùng để làm sạch thiết bị. Sử dụng loại dung môi phù hợp để làm sạch hết mẫu trong cốc thử, làm khô cốc và nắp. Các loại dung môi thông dụng là toluen và axeton. (**Cảnh báo** – Toluene, axeton và nhiều dung môi khác là các chất dễ cháy và có hại cho sức khỏe. Việc thải các dung môi và chất thải phải theo các quy định hiện hành).

10 Kiểm tra thiết bị

10.1 Điều chỉnh hệ thống phát hiện điểm chớp cháy tự động (khi sử dụng) theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

10.2 Kiểm tra dụng cụ đo nhiệt độ phù hợp theo 6.3.

10.3 Ít nhất mỗi năm một lần kiểm tra tính năng vận hành của thiết bị thử công hoặc tự động bằng cách xác định điểm chớp cháy của chất chuẩn đã được chứng nhận (CRM) như nêu trong Phụ lục A.4, chất này có điểm chớp cháy chuẩn sát với khoảng nhiệt độ chớp cháy dự kiến của mẫu thử. Tiến hành thử theo quy trình A của phương pháp này và điểm chớp cháy quan sát nhận được tại 11.1.8 hoặc 11.2.2 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.4.1 cho chất chuẩn CRM đã nêu hoặc nằm trong giới hạn đã được tính toán cho các chất chuẩn CRM chưa nêu (xem Phụ lục A.4).

10.4 Khi tính năng vận hành của thiết bị thử đã được kiểm tra xác nhận, điểm chớp cháy của chuẩn công tác thứ cấp (SWS) có thể được xác định theo các giới hạn kiểm soát. Có thể sử dụng các chuẩn công tác thứ cấp này để kiểm tra thường xuyên hơn tính năng của thiết bị (xem Phụ lục A.4).

10.5 Khi điểm chớp cháy xác định được không nằm trong giới hạn nêu tại 10.3 hoặc 10.4, 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 (A.1.1.2.2), hoạt động của cửa sập, vị trí của ngọn lửa môi (A.1.1.2.3), vị trí và góc nghiêng của dụng cụ đo nhiệt độ (A.1.1.2.4). Sau mỗi lần chỉnh phải lập lại thử nghiệm theo 10.3 với mẫu thử mới, chú ý thực hiện đúng các chi tiết của quy trình đã nêu trong phương pháp thử này.

QUI TRÌNH A

11 Cách tiến hành

11.1 Thiết bị thử công

11.1.1 Phải đảm bảo rằng bình chứa mẫu được nạp mẫu đến dung tích quy định theo yêu cầu nêu tại 8.2. Đổ mẫu vào cốc thử đến dấu vạch trong cốc. Nhiệt độ của cốc và mẫu thử phải thấp hơn, dưới nhiệt độ chớp cháy dự kiến ít nhất là 18 °C hoặc 32 °F. Nếu đã đổ quá lượng mẫu quy định vào cốc thử thì dùng xylanh hoặc dụng cụ tương tự để rút bớt lượng mẫu thừa ra. Đậy nắp lên cốc thử và đặt cả cụm này vào thiết bị thử. Phải đảm bảo là dụng cụ được định vị hoặc chốt vận hành chính xác. Nếu không có sẵn dụng cụ đo nhiệt độ thì lắp nhiệt kế vào vị trí quy định.

11.1.2 Đốt ngọn lửa thử, điều chỉnh ngọn lửa đến đường kính từ 3,2 mm đến 4,8 mm (0,126 in. đến 0,189 in.) hoặc bật môi lửa điện và điều chỉnh cường độ theo hướng dẫn của nhà sản xuất. (**Cảnh báo** – Áp suất khí đốt dùng cho thiết bị thử nghiệm không được lớn hơn 3 kPa (12 in.) so với áp suất nước). (**Cảnh báo** – Cần cẩn thận thao tác khi sử dụng ngọn lửa môi, nếu ngọn lửa bị tắt sẽ không thể môi cháy hơi trong cốc thử và khí đốt vào pha hơi sẽ làm ảnh hưởng đến kết quả thử). (**Cảnh báo** – Thí nghiệm viên phải thực hành và chú ý các quy định về an toàn trong quá trình đưa ngọn lửa môi ban đầu vào, vì các mẫu thử có chứa các chất chớp cháy thấp sẽ chớp cháy mạnh khi ngọn lửa môi đầu tiên đưa vào.) (**Cảnh báo** – Thí nghiệm viên phải thực hành và chú ý các quy

định về an toàn trong quá trình thực hiện các phép thử này. Trong quá trình thử nghiệm, nhiệt độ đạt đến 370 °C (698 °F) là mức nguy hiểm).

11.1.3 Gia nhiệt với tốc độ sao cho nhiệt độ hiển thị trên dụng cụ đo nhiệt độ tăng từ 5 °C đến 6 °C (9 °F đến 11 °F)/phút.

11.1.4 Bật dụng cụ khuấy tại tốc độ 90 rpm đến 120 rpm, khuấy theo chiều từ trên xuống. (**Cảnh báo** – Muốn có các kết quả tốt, phải rất chú ý tất cả các chi tiết liên quan đến ngọn lửa môi, kích thước ngọn lửa thử hoặc cường độ dây điện, hoặc tốc độ tăng nhiệt độ và tốc độ hạ thấp ngọn lửa vào pha hơi của mẫu thử.)

11.1.5 *Đưa ngọn lửa môi vào*

11.1.5.1 Nếu điểm chớp cháy dự kiến của mẫu thử là 110 °C hoặc 230 °F hoặc thấp hơn, đưa ngọn lửa môi vào khi nhiệt độ của mẫu thử thấp hơn nhiệt độ chớp cháy dự kiến là 23 °C ± 5 °C hoặc 41 °F ± 9 °F, và sau đó mỗi lần đọc nhiệt độ thì thấp hơn nhiệt độ chớp cháy dự kiến là 1 °C hoặc 2 °F. Dừng khuấy mẫu và đưa ngọn lửa môi vào, sử dụng cơ cấu lắp trên nắp cốc thử để kiểm soát cửa sập, sao cho ngọn lửa môi hạ thấp vào khoang hơi của cốc mẫu trong 5 giây, để ngọn lửa môi tại vị trí thấp đó trong 1 giây, và nâng nhanh lên theo chiều thẳng đứng.

11.1.5.2 Nếu điểm chớp cháy dự kiến của mẫu thử là trên 110 °C hoặc 230 °F, đưa ngọn lửa môi vào theo cách nêu ở 11.1.5.1, với mỗi lần tăng nhiệt độ bằng 2 °C hoặc 5 °F, bắt đầu tại nhiệt độ là 23 °C ± 5 °C hoặc 41 °F ± 9 °F dưới nhiệt độ chớp cháy dự kiến.

11.1.6 Khi trong mẫu thử nghiệm có tạp chất bay hơi, không cần tuân thủ các giới hạn về nhiệt độ đối với ngọn lửa môi đưa vào lần đầu như quy định tại 11.1.5.

11.1.7 Khi không biết nhiệt độ của điểm chớp cháy dự kiến, cần đưa vật liệu đem thử và thiết bị thử về nhiệt độ bằng 15 °C ± 5 °C hoặc 60 °F ± 10 °F. Khi biết vật liệu rất nhớt tại nhiệt độ này, gia nhiệt mẫu đến nhiệt độ khởi điểm như quy định tại 8.6. Đưa ngọn lửa môi vào theo cách nêu ở 11.1.5.1, bắt đầu từ nhiệt độ ít nhất là cao hơn nhiệt độ khởi điểm là 5 °C hoặc 10 °F.

CHÚ THÍCH 10 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.

11.1.8 Ghi lại số đọc điểm chớp cháy quan sát được trên dụng cụ đo nhiệt độ, tại thời điểm đưa ngọn lửa môi vào gây chớp rõ ràng bên trong cốc mẫu. Mẫu thử có hiện tượng như chớp cháy ngay khi xuất hiện ngọn lửa to và ngay lập tức lan truyền trên toàn bộ bề mặt mẫu. (**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).

11.1.9 Khi ngọn lửa mỗi dùng làm ngọn lửa thử, việc đưa ngọn lửa thử vào có thể gây quang sáng màu xanh dương hoặc ngọn lửa lan rộng hơn trước khi có điểm chớp cháy thực. Đây không phải chớp cháy và có thể bỏ qua..

11.1.10 Nếu sự chớp cháy được phát hiện ngay lần mỗi đầu tiên, phải dừng ngay thử nghiệm, loại bỏ kết quả và làm lại thử nghiệm trên mẫu mới. Lần đầu đưa ngọn lửa mỗi vào với mẫu thử mới có nhiệt độ bằng $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $41\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 9\text{ }^{\circ}\text{F}$ dưới nhiệt độ mà tại đó đã phát hiện được điểm chớp cháy lần đầu.

11.1.11 Khi sự chớp cháy được phát hiện tại nhiệt độ mà cao hơn $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $50\text{ }^{\circ}\text{F}$ trên nhiệt độ của lần đầu đưa ngọn lửa mỗi vào, hoặc khi sự chớp cháy được phát hiện tại nhiệt độ mà nhỏ hơn $18\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $32\text{ }^{\circ}\text{F}$ trên nhiệt độ của lần đầu đưa ngọn lửa mỗi vào, thì kết quả được coi là gần đúng, lặp lại phép thử với mẫu mới. Điều chỉnh điểm chớp cháy dự kiến cho lần thử tiếp theo về nhiệt độ của kết quả gần đúng. Lần đầu đưa ngọn lửa mỗi vào với mẫu thử mới có nhiệt độ là $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $41\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 9\text{ }^{\circ}\text{F}$ dưới nhiệt độ mà tại đó đã xác định được điểm chớp cháy gần đúng.

11.1.12 Khi thiết bị thử nguội đến nhiệt độ an toàn, thấp hơn $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($130\text{ }^{\circ}\text{F}$), lấy nắp cốc và cốc thử ra, làm sạch theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

CHÚ THÍCH 11 Thao tác cẩn thận khi làm sạch và định vị bộ nắp, sao cho không làm hỏng và định vị sai hệ thống phát hiện điểm chớp cháy hoặc dụng cụ đo nhiệt độ. Xem hướng dẫn của nhà sản xuất về cách bảo dưỡng và duy tu.

11.2 *Thiết bị tự động*

11.2.1 Thiết bị tự động phải có khả năng thực hiện theo qui trình nêu tại 11.1, bao gồm các vấn đề về tốc độ gia nhiệt, khuấy mẫu, đưa ngọn lửa mỗi vào, phát hiện điểm chớp cháy và ghi số đọc điểm chớp cháy.

11.2.2 Khởi động thiết bị thử theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Vận hành thiết bị theo qui trình nêu tại các điều từ 11.1.3 đến 11.1.8.

QUI TRÌNH B

12 **Cách tiến hành**

12.1 *Thiết bị thủ công*

12.1.1 Phải đảm bảo rằng bình chứa mẫu được nạp mẫu đến dung tích quy định theo yêu cầu nêu tại 8.2. Đổ mẫu vào cốc thử đến dấu vạch trong cốc. Nhiệt độ của cốc và mẫu thử phải dưới nhiệt độ chớp cháy dự kiến ít nhất là $18\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $32\text{ }^{\circ}\text{F}$. Nếu đã đổ quá lượng mẫu quy định vào cốc thử thì dùng xylanh hoặc dụng cụ tương tự để rút bớt lượng mẫu thừa ra. Đậy nắp lên cốc thử và đặt cả

cụm này vào thiết bị thử. Phải chắc chắn là dụng cụ định vị hoặc chốt được vận hành chính xác. Nếu không có sẵn dụng cụ đo nhiệt độ thì lắp nhiệt kế vào vị trí quy định.

12.1.2 Đốt ngọn lửa thử, điều chỉnh ngọn lửa tới đường kính từ 3,2 mm đến 4,8 mm (0,126 in. đến 0,189 in.) hoặc bật mỗi lửa điện và điều chỉnh cường độ theo hướng dẫn của nhà sản xuất. (**Cảnh báo** – Áp suất khí đốt dùng cho thiết bị thử nghiệm không được lớn hơn 3 kPa (12 in.) so với áp suất nước). (**Cảnh báo** – Cần cẩn thận thao tác khi sử dụng ngọn lửa thử, nếu ngọn lửa bị tắt sẽ không thể mỗi cháy hơi trong cốc thử và khí đốt vào pha hơi sẽ làm ảnh hưởng đến kết quả thử.). (**Cảnh báo** – Thí nghiệm viên phải thực hành và chú ý các quy định về an toàn trong quá trình đưa ngọn lửa mỗi ban đầu vào, vì các mẫu thử có chứa các chất chớp cháy thấp sẽ chớp cháy mạnh khi ngọn lửa mỗi đầu tiên đưa vào.) (**Cảnh báo** – Thí nghiệm viên phải thực hành và chú ý các quy định về an toàn trong quá trình thực hiện các phép thử này. Trong quá trình thử nghiệm, nhiệt độ đạt đến 370 °C (698 °F) là mức nguy hiểm).

12.1.3 Bật dụng cụ khuấy với tốc độ 250 rpm ± 10 rpm, khuấy theo chiều từ trên xuống.

12.1.4 Gia nhiệt với tốc độ sao cho nhiệt độ hiển thị trên dụng cụ đo nhiệt độ tăng từ 1 °C đến 1,6 °C (2 °F đến 3 °F)/phút.

12.1.5 Tiến hành theo điều 11, trừ các yêu cầu về tốc độ khuấy và gia nhiệt.

12.2 *Thiết bị tự động*

12.2.1 Thiết bị tự động phải có khả năng thực hiện qui trình nêu tại 12.1, bao gồm kiểm soát tốc độ gia nhiệt, khuấy mẫu, đưa ngọn lửa mỗi vào, phát hiện điểm chớp cháy và ghi số đọc điểm chớp cháy.

12.2.2 Khởi động thiết bị thử theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Vận hành thiết bị theo qui trình nêu tại các điều từ 12.1.3 đến 12.1.5.

ĐỘ CHỤM, TÍNH TOÁN VÀ BÁO CÁO KẾT QUẢ THEO QUI TRÌNH A VÀ B

13 **Tính toán kết quả**

13.1 Quan sát và ghi lại áp suất môi trường tại thời điểm thử (xem Chú thích 4). Nếu áp suất khác 101,3 kPa (760 mmHg), hiệu chỉnh điểm chớp cháy như sau:

$$\text{Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh} = C + 0,25 (101,3 - K) \quad (1)$$

$$\text{Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh} = F + 0,06 (760 - P) \quad (2)$$

$$\text{Điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh} = C + 0,033 (760 - P) \quad (3)$$

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 môi trường, tính bằng mmHg; và

K là áp suất môi trường, tính bằng kPa.

13.2 Sau khi hiệu chỉnh về áp suất khí quyển, làm tròn nhiệt độ đến 0,5 °C (1 °F) và ghi lại.

14 Báo cáo kết quả

Báo cáo điểm chớp cháy đã hiệu chỉnh theo TCVN 2693 (ASTM D 93-IP 34), điểm chớp cháy của mẫu thử theo Qui trình A hoặc qui trình B, sử dụng thiết bị thử cốc kín Pensky-Martens.

15 Độ chụm và độ chệch (Qui trình A)

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:

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 theo phương pháp thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị sau:

$$r = AX \quad (4)$$

$$A = 0,029$$

X = kết quả trung bình cộng tính theo °C,

r = độ lặp lại

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 hai mươi trường hợp được vượt giá trị sau:

$$R = BX \quad (5)$$

$$B = 0,071$$

X = kết quả trung bình cộng tính theo °C,

R = độ tái lập

15.1.3 *Độ chệch* – Phương pháp này không có độ chệch vì không có chất chuẩn được chấp nhận, phù hợp để xác định độ chệch cho phương pháp này.

15.1.4 *Độ chệch tương đối* – Đánh giá thống kê các số liệu đã không phát hiện bất kỳ sự chênh lệch giữa các biến số về độ tái lập của các kết quả điểm chớp cháy cốc kín xác định bằng thiết bị thử Pensky-Martens. Đánh giá thống kê các số liệu đã không phát hiện bất kỳ sự chênh lệch nào giữa các giá trị trung bình cộng về độ tái lập của các kết quả điểm chớp cháy cốc kín xác định bằng thiết bị thử Pensky-Martens thủ công và tự động đối với các mẫu đã nghiên cứu, trừ trường hợp đối với các dầu dùng lại và dầu đốt lò, các dầu này có độ chệch nhỏ. Trong trường hợp có tranh chấp, qui trình thủ công được coi là qui trình trọng tài.

CHÚ THÍCH 12 Các quy định về độ chụm chỉ được rút ra từ các chất lỏng sáng. Tham khảo các báo cáo nghiên cứu về các thông tin liên quan đến độ chệch tương đối và các loại mẫu. Các nghiên cứu khác liên quan đến độ chệch tương đối đang được thực hiện.

15.1.5 Các dữ liệu liên quan đến độ chụm được thu thập vào năm 1991 theo chương trình hợp tác thử nghiệm, sử dụng năm mẫu thử của dầu đốt lò và dầu bôi trơn (với sự tham gia của mười hai phòng thí nghiệm với thiết bị thử thủ công và hai mươi mốt phòng thí nghiệm với thiết bị thử tự động) và chương trình thử nghiệm hợp tác IP năm 1994, sử dụng mười hai mẫu nhiên liệu và bốn hoá chất tinh khiết. (với sự tham gia của hai mươi sáu phòng thí nghiệm với thiết bị thử thủ công và tự động. Các thiết bị này sử dụng ngọn lửa thử bằng khí đốt và bằng thiết bị điện trở (dây nóng) làm ngọn lửa môi. Thông tin về loại mẫu và điểm chớp cháy trung bình của chúng được nêu trong báo cáo nghiên cứu.

16 Độ chụm và độ chệch (Qui trình B)

16.1 *Độ chụm* – Độ chụm của qui trình này xác định theo phương pháp thống kê các kết quả liên phòng thí nghiệm, cụ thể như sau:

16.1.1 *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 20 trường hợp được vượt các giá trị sau:

Dầu nhiên liệu cặn 2 °C

Các loại dầu khác 5 °C

16.1.2 *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 sau:

Dầu nhiên liệu cặn 6 °C

Các loại dầu khác 10 °C

CHÚ THÍCH 13 Độ chụm của các tiêu chuẩn này được xác định theo các nghiên cứu liên phòng thử nghiệm thực hiện theo độ C và dụng cụ đo theo độ C.

16.1.3 *Độ chệch* – Phương pháp này không có độ chệch vì không có chất chuẩn được chấp nhận, phù hợp để xác định độ chệch cho phương pháp này.

16.1.4 Các dữ liệu liên quan đến độ chụm đối với dầu nhiên liệu cặn được lập vào năm 1996 theo chương trình hợp tác thử nghiệm IP, sử dụng mười hai mẫu thử dầu cặn và bốn mươi phòng thử nghiệm quốc tế với thiết bị thử thủ công và tự động. Thông tin về loại mẫu và điểm chớp cháy trung bình của chúng được nêu trong báo cáo nghiên cứu.

16.1.5 Hiện nay chưa có các số liệu về độ chụm đối với các loại mẫu khác trong qui trình B.

CHÚ THÍCH 14 Chương trình thử nghiệm liên phòng năm 1991 chưa áp dụng qui trình B.

Phụ lục A

(quy định)

A.1 Yêu cầu đối với thiết bị thử

A.1.1 Thiết bị thử điển hình được gia nhiệt bằng khí đốt, như mô tả trên Hình A.1.1. Thiết bị bao gồm cốc thử, nắp đậy và lò phù hợp với các yêu cầu sau:

A.1.1.1 *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.1.2. Mặt bích được trang bị các bộ định vị cốc trong lò. Mặt bích của cốc có tay nắm, tay nắm không nên quá nặng để có thể dễ dàng nâng cốc chưa chứa mẫu.

A.1.1.2 *Nắp*

A.1.1.2.1 *Nắp vừa khít* – nắp được mô tả trên Hình A.1.3, làm bằng đồng thau (A.1.1.1) với vành hướng xuống dưới sát mặt bích của cốc. Vành này phải vừa khít ngoài cốc với đường kính khe hở không lớn hơn 0,36 mm (0,014 in.), trên nắp có thiết bị định vị và/hoặc chốt được gắn với bộ phận thích hợp trên cốc. Trên nắp có bốn lỗ mở *A*, *B*, *C* và *D*, như mô tả trên Hình A.1.3. Mép trên của cốc tiếp xúc khít với mặt trong của toàn bộ chu vi nắp cốc.

A.1.1.2.2 *Cửa sập* – Phần nắp được trang bị cửa sập bằng đồng thau (Hình A.1.1 và Hình A.1.4), dày khoảng 2,4 mm (3/32 in.), hoạt động theo mặt phẳng trên mặt của nắp. Cửa sập phải có hình dạng và được lắp đặt sao cho có thể quay được trên trục tâm ngang của nắp giữa hai lần dừng, cửa sập được định vị sao cho tại vị trí cực đại, các lỗ mở *A*, *B* và *C* trên nắp hoàn toàn đóng, và khi tại vị trí cực đại khác, các lỗ mở này lại mở hoàn toàn. Cơ cấu vận hành của cửa sập là loại lò so, được kết cấu sao cho tại vị trí nghỉ, cửa sập đóng khít hoàn toàn ba lỗ mở này. Khi vận hành đến các vị trí cực đại khác, cả ba lỗ được mở một cách chính xác, đầu ống tiếp xúc được đề xuống hoàn toàn.

A.1.1.2.3 *Dụng cụ môi lửa* – Dụng cụ môi lửa (Hình A.1.4) có đầu đo ngọn lửa thử với đường kính bằng từ 0,69 mm đến 0,79 mm (0,027 in. đến 0,031 in.). Đầu đo này được làm bằng thép không gỉ là tốt nhất, tuy nhiên cũng có thể được chế tạo bằng kim loại phù hợp khác. Dụng cụ đưa ngọn lửa tiếp xúc được trang bị với một cơ cấu vận hành, khi cửa sập đang ở vị trí mở, cơ cấu này đề xuống sao cho tâm lỗ nằm tại một điểm của mặt phẳng dưới và trên của nắp đậy, tại điểm mà bán kính quét qua tâm của lỗ mở lớn hơn *A* (Hình A.1.3). Cũng có thể dùng dây đốt bằng điện, loại điện trở (dây nóng) và được định vị phần nung nóng của đầu đốt tại lỗ hở của nắp cốc theo đúng cách như dụng cụ dùng ngọn lửa bằng khí đốt.

A.1.1.2.4 Ống tạo ngọn lửa – Dùng để tự động châm lại ngọn lửa. Trên nắp của thiết bị, gắn ngọn lửa thử gắn vật đo có đường kính 4 mm (5/32 in.), vật này dùng để điều chỉnh ngọn lửa thử sao cho có kích thước giống hệt vật đo. Đầu ống cũng có lỗ mở với cùng kích thước như đầu của dụng cụ cấp lửa trần với đường kính bằng từ 0,69 mm đến 0,79 mm (0,027 in. đến 0,031 in.).

A.1.1.2.5 Dụng cụ khuấy – Trên nắp cốc được trang bị dụng cụ khuấy (Hình A.1.4), gắn trên tâm điểm của nắp và có hai tầng khuấy, mỗi tầng khuấy có hai cánh khuấy kim loại. Trên Hình A.1.4, cánh khuấy thấp hơn được ký hiệu theo hình chữ L, M và N. Cánh này có chiều dài bằng khoảng 38 mm đo từ đầu này đến đầu kia, mỗi cánh có hai bản rộng 8 mm, nghiêng 45°. Cánh khuấy cao hơn được ký hiệu theo hình chữ A, C và G. Cánh này có chiều dài bằng khoảng 19 mm đo từ đầu này đến đầu kia, mỗi cánh có bản rộng 8 mm, nghiêng 45°. Cả hai cánh này đều được định vị trên dụng cụ khuấy theo cách, sao cho khi quan sát từ đáy của dụng cụ khuấy hai cánh đang ở vị trí 0° và 180°, hai cánh khuấy khác đang ở vị trí 90° và 270°. Trục khuấy có thể gắn với mô tơ bằng cơ cấu mềm hoặc puli phù hợp.

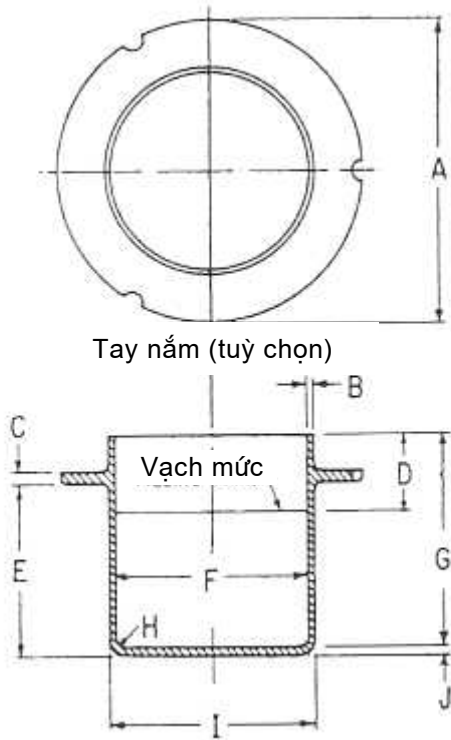
A.1.1.2.6 Lò – Lò được thiết kế phù hợp tương đương như bể không khí để cấp nhiệt cho cốc thử. Lò bao gồm bể không khí và tấm đáy trên mặt bích.

A.1.1.2.7 Bể không khí – Bể không khí có bên trong là hình trụ và phải phù hợp với các yêu cầu về kích thước như trên Hình A.1.1. Bể không khí có thể được gia nhiệt bằng bếp lửa hoặc bếp điện (A.1.1.2.8), hoặc bếp điện trở (A.1.1.2.9). Dù áp dụng một trong hai cách nêu trên thì bể không khí phải phù hợp để sử dụng tại nhiệt độ quy định và không bị xuống cấp.

A.1.1.2.8 Bếp lửa hoặc bếp điện – Nếu gia nhiệt bằng bếp lửa hoặc bếp điện thì các bếp này được thiết kế và sử dụng đảm bảo nhiệt độ dưới đáy và trên thành bể là xấp xỉ bằng nhau. Để đảm bảo nhiệt độ mặt trong bể đồng đều, chiều dày thành bể không được nhỏ hơn 6,4 mm (1/4 in.), trừ trường hợp bếp đã được thiết kế với mật độ dòng nhiệt như nhau trên toàn bộ thành và đáy bể.

A.1.1.2.9 Bếp điện trở – Nếu bếp là loại điện trở thì phải được chế tạo sao cho tất cả các phần thuộc mặt trong bể phải được gia nhiệt đồng đều. Thành và đáy bể có chiều dày không được nhỏ hơn 6,4 mm (1/4 in.), trừ trường hợp bếp đã được phân bố ít nhất trên 80 % diện tích thành và đáy bể. Bếp điện để gia nhiệt được bố trí cách bề mặt trong là 4,0 mm (5/32 in.), sử dụng bếp này khi chiều dày thành và đáy bể bằng 1,58 mm (1/16 in.).

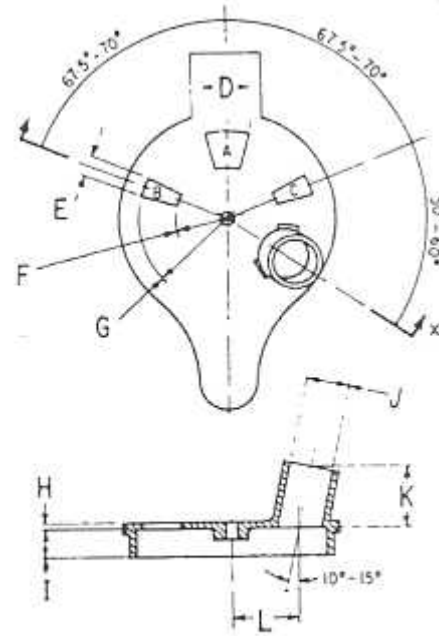
A.1.1.2.10 Chụp đáy – Chụp đáy bằng kim loại, giữa chụp và bể không khí có một khoảng trống. Chụp này có thể được gắn vào bể bằng ba vít kẹp cách đều nhau. Các vít kẹp có chiều dày nhất định để có khe hở không khí bằng 4,8 mm (3/10 in.), và các lỗ vít kẹp có đường kính không lớn hơn 9,5 mm (3/8 in.).



Tay nắm (tùy chọn)

	mm		In.	
	min	max	(min)	(max)
A	79,0	79,8	(3,11)	(3,14)
B	1,0	...	(0,04)	(...)
C	2,8	3,6	(0,11)	(0,14)
D	21,72	21,84	(0,855)	(0,860)
E	45,47	45,72	(1,790)	(1,800)
F	50,72	50,85	(1,997)	(2,002)
G	55,75	56,00	(2,195)	(2,205)
H	3,8	4,0	(0,15)	(0,16)
I	53,90	54,02	(2,122)	(2,127)
J	2,29	2,54	(0,090)	(0,100)

Hình A.1.2 Cốc thử



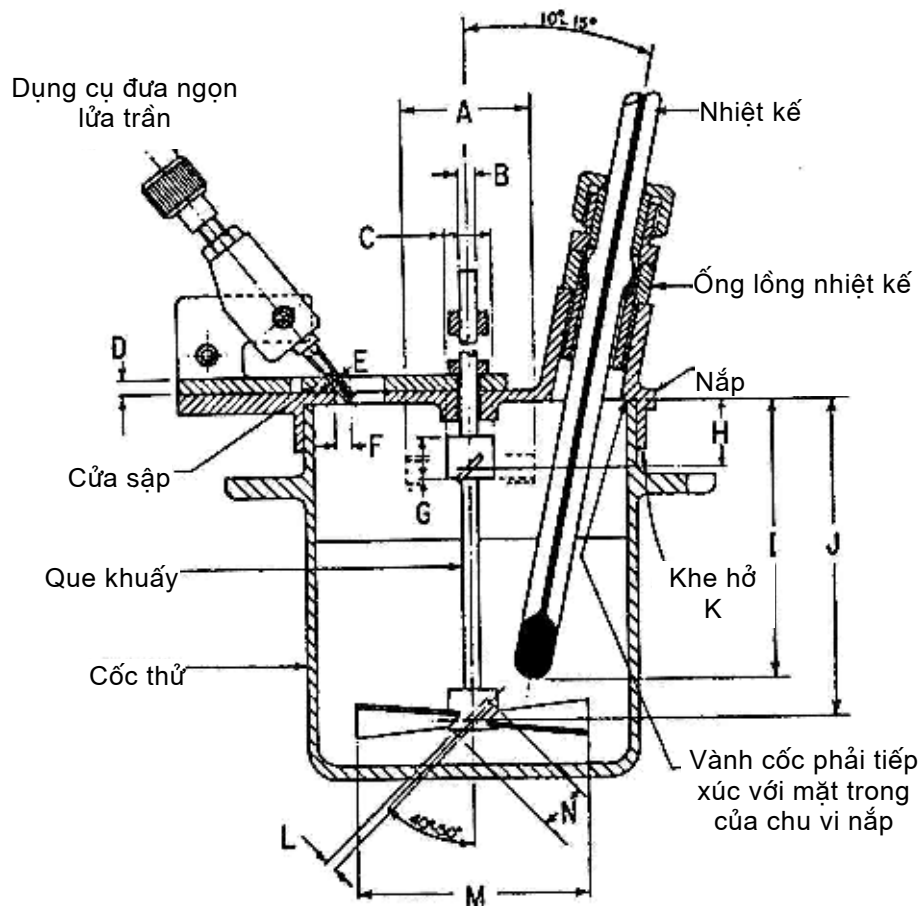
	mm		In.	
	min	max	(min)	(max)
D	12,7	13,5	(0,50)	(0,53)
E	4,8	5,6	(0,19)	(0,22)
F	13,5	14,3	(0,53)	(0,56)
G	23,8	24,6	(0,94)	(0,97)
H	1,2	2,0	(0,05)	(0,08)
I	7,9	...	(0,31)	(...)
J	12,00	12,32	(0,472)	(0,485)
K	16,38	17,00	(0,645)	(0,669)
L	18,65	19,45	(0,734)	(0,766)

Hình A.1.3 Nắp của cốc thử

A.2 Chuẩn hóa việc sản xuất nhiệt kế và đầu bịt

A.2.1 Dụng nhiệt kế có dải đo thấp phù hợp với yêu cầu kỹ thuật đối với nhiệt kế đo nhiệt độ cốc thử trong thiết bị thử cốc kín tag [TCVN 7485 (ASTM D 56)], nhiệt kế này được lắp khít với đầu bịt để lắp vừa vào giá đỡ trên nắp thiết bị thử cốc kín tag, và có thể được thay thế bằng ống lồng (Hình A.2.1) để sử dụng cho các vòng đai có đường kính lớn hơn của thiết bị Pensky-Martens. Sự chênh lệch kích thước của các vòng đai này không ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm, đây là các khó khăn của các nhà sản xuất thiết bị và người sử dụng dụng cụ thử nghiệm.

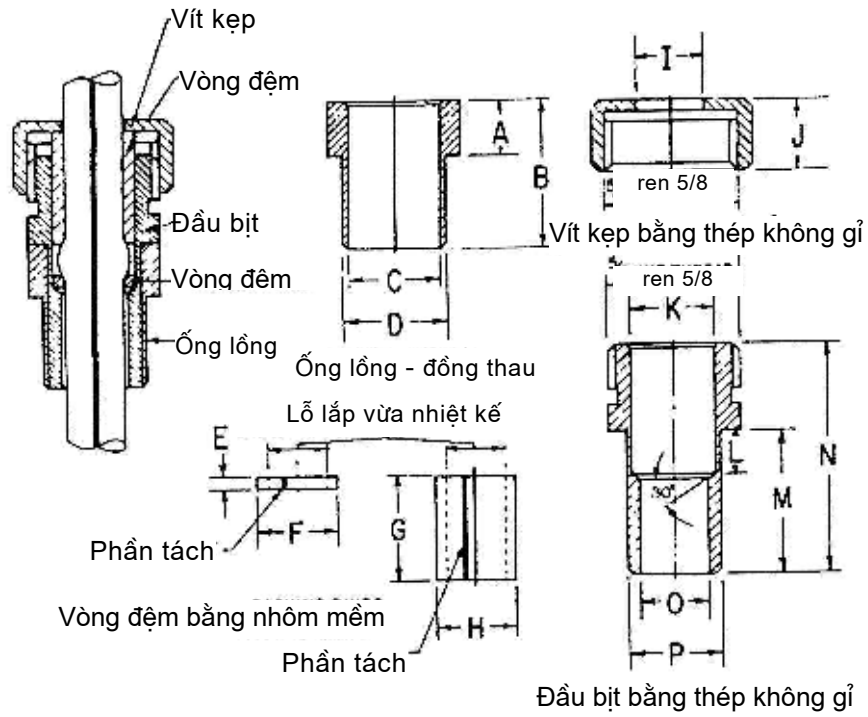
A.2.2 Các yêu cầu về kích thước được thể hiện trên Hình A.2.1. Các kích thước không bắt buộc phải phù hợp, nhưng đây là mong muốn của người sử dụng và của các nhà cung cấp thiết bị Pensky-Martens.



	mm		In.	
	min	max	min	max
A	18,3	19,8	(0,72)	(0,78)
B	2,38	3,18	(0,094)	(0,125)
C	7,6	8,4	(0,30)	(0,33)
D	2,0	2,8	(0,08)	(0,11)
E	0,69	0,79	(0,027)	(0,031)
F	2,0	2,8	(0,08)	(0,11)
G	6,4	10,4	(0,25)	(0,41)
H	9,6	11,2	(0,38)	(0,44)
I ^A	43,0	46,0	(1,69)	(1,81)
J	50,0	51,6	(1,97)	(2,03)
K	...	0,36	(...)	(0,014)
L	1,22	2,06	(0,048)	(0,08)
M	31,8	44,4	(1,25)	(1,75)
N	7,6	8,4	(0,30)	(0,33)

^A Bao gồm cả dung sai cho phép đối với chiều dài của nhiệt kế như qui định trong ASTM E 1.

Hình A.1.4 Cốc thử và bộ nắp



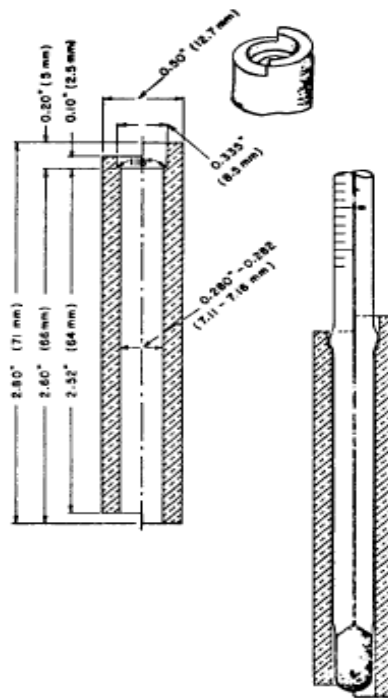
	mm		In.	
	min	max	min	max
A	6,20	6,50	(0,244)	(0,256)
B	17,0	18,0	(0,67)	(0,71)
C	9,80	9,85	(0,386)	(0,388)
D	11,92	12,24	(0,469)	(0,482)
E	1,40	1,65	(0,055)	(0,065)
F	8,56	8,61	(0,337)	(0,339)
G	12,4	13,0	(0,49)	(0,57)
H	8,56	8,61	(0,337)	(0,339)
I ^A	8,1	8,6	(0,32)	(0,34)
J	9,9	10,7	(0,39)	(0,42)
K	8,64	8,69	(0,340)	(0,342)
L	5,1	5,6	(0,20)	(0,22)
M	17,0	17,5	(0,67)	(0,69)
N	27,4	28,2	(1,08)	(1,11)
O	7,11	7,16	(0,280)	(0,282)
P	9,73	9,78	(0,383)	(0,385)

^A Bao gồm cả dung sai cho phép đối với chiều dài của nhiệt kế như qui định trong ASTM E 1.

Hình A.2.1 Kích thước của ống lồng, đầu bịt và vòng đệm của nhiệt kế

A.3 Yêu cầu kỹ thuật đối với nhiệt kế

A.3.1 Xem Hình A.3.1 và các Bảng A.3.1 – A.3.4.



Hình A.3.1 Dụng cụ kiểm tra nhiệt kế

Bảng A.3.1 Yêu cầu kỹ thuật của nhiệt kế IP

CHÚ THÍCH Thân nhiệt kế có phần phình ra, đường kính tăng từ 1,5 mm đến 2,0 mm hơn so với thân nhiệt kế và chiều dài từ 3 mm đến 5 mm, phần dưới dẫn dài từ 64 mm đến 66 mm, kể từ đáy đến bầu. Dùng dụng cụ đo như thể hiện trên Hình A.3.1 để đo các kích thước

Tên	IP 15C	IP 16C	IP 101C
	Loại Pensky-Martens thấp	Loại Pensky-Martens cao	Loại Pensky-Martens trung bình
Dải đo	- 5 °C đến + 110 °C	90 °C đến 370 °C	20 °C đến 150 °C
Vạch chia	0,5 °C	2 °C	1 °C
Vạch nhúng, mm	57	57	57
Tổng chiều dài ± 5 mm	290	280 ± 10	290
Đường kính phần thân, mm	6,0 đến 7,0	6,0 đến 7,0	6,0 đến 7,0
Hình dạng phần bầu	Hình trụ	Hình trụ	Hình trụ
Chiều dài phần bầu, mm	9 đến 13	7 đến 10	9 đến 13
Đường kính phần bầu, mm	Không nhỏ hơn 5,5 và không lớn hơn phần thân	Không nhỏ hơn 4,5 và không lớn hơn phần thân	Không nhỏ hơn 5,5 và không lớn hơn phần thân
Chiều dài phần có vạch, mm	140 đến 175	143 đến 180	140 đến 175
Khoảng cách từ đáy bầu đến, mm	0 °C 85 đến 95	90 °C 80 đến 90	20 °C 85 đến 95
Giá trị mỗi vạch chia dài	1 °C đến 5 °C	10 °C đến 20 °C	5 °C
Ghi số tại mỗi vạch	5 °C	20 °C	5 °C
Phần thuôn dài	Theo yêu cầu	Theo yêu cầu	Theo yêu cầu
Đầu trên	Vòng khuyên	Vòng khuyên	Vòng khuyên
Sai số thang đo không quá ±	0,5 °C	1 °C đến 260 °C	1 °C
Xem các chú thích	1 và Bảng A.3.2 đối với nhiệt độ của phần thân nổi	1 và Bảng A.3.2 đối với nhiệt độ của phần thân nổi	1 và Bảng A.3.2 đối với nhiệt độ của phần thân nổi

Bảng A.3.3 Nhiệt độ chuẩn hoá

CHÚ THÍCH Giá trị nhiệt trong cột là thu được khi sử dụng nhiệt kế trong thiết bị thử, các nhiệt kế này được thiết kế riêng. Trong một vài trường hợp các nhiệt độ này khác so với thực tế.

Nhiệt độ	Nhiệt độ trung bình phần nổi	Nhiệt độ	Nhiệt độ trung bình phần nổi	Nhiệt độ	Nhiệt độ trung bình phần nổi	Nhiệt độ	Nhiệt độ trung bình phần nổi
Nhiệt kế 9C (-5 đến 100 °C)		Nhiệt kế 9C (20 đến 230 °F)		Nhiệt kế 10C (90 đến 370 °C)		Nhiệt kế 10F (200 đến 700 °F)	
0°C	19°C	32°F	66°F	100°C	61°C	212°F	141°F
35°C	28°C	100°F	86°F	200°C	71°C	390°F	159°F
70°C	40°C	160°F	106°F	300°C	87°C	570°F	180°F
105°C	50°C	220°F	123°F	370°C	104°C	700°F	220°F
IP 15C (-7 đến 110°C)		IP 15F (20 đến 230°F)		IP 16C (90 đến 370°C)		IP 16F (200 đến 700°F)	
0°C	19°C	32°F	66°F	100°C	61°C	200°F	140°F
20°C	20°C	70°F	70°F	150°C	65°C	300°F	149°F
40°C	31°C	100°F	86°F	200°C	71°C	400°F	160°F
70°C	40°C	150°F	104°F	250°C	78°C	500°F	175°F
100°C	48°C	212°F	118°F	300°C	87°C	600°F	195°F
				350°C	99°C	700°F	220°F

Bảng A.3.4 Yêu cầu kỹ thuật đối với thiết bị Pensky-Martens dải đo trung bình

ASTM No. 88F (88C) Nhiệt kế đo điểm chớp cháy của dầu thực vật			
Tên	Nhiệt kế Pensky-Martens dải đo trung bình		
Số tham chiếu No	5		
Dải đo	10 °C-200 °C	50 °F đến 392 °F	
Đối với phép thử tại			
A Phần chìm, mm	57		
Vạch chia:			
Vạch chia nhỏ	0,5 °C	1 °F	
Vạch dài	1 °C và 5 °C	5 °F	
Số tại từng vạch	5 °C	10 °F	
Sai số thang đo, max.	0,5 °C	1 °F	
Phần ghi riêng	ASTM 88F (88C) 57 mm IMM		
Buồng dẫn nở:			
Cho phép gia nhiệt đến	205 °C	400 °F	
B Tổng chiều dài, mm	285 đến 295		
C ĐK ngoài của thân, mm	6,0 đến 7,0		
D Chiều dài bầu, mm	8,0 đến 12,0		
E ĐK ngoài của bầu, mm	>4,5 và <phần thân ^A		
vị trí thang đo			
Đáy bầu đến vạch ở	20 °C	68 °F	
F khoảng cách, mm	80 đến 90		
G Chiều dài phần vạch, mm	145 đến 180		
Thang chia điểm bằng:			
Dải đo			
H Đáy bầu đến điểm băng			
Phần thân to			
I Khoảng cách đến đáy, min., mm			
J Khoảng cách đến đỉnh, max., mm			
Phần thân phình ra:			
K ĐK ngoài, mm	7,5 đến 8,5		
L Chiều dài	2,5 đến 5,0 ^A		
M Khoảng cách đến đáy, mm	64 đến 66		

^A Đường kính ngoài của bầu phải lớn hơn 4,5 mm và nhỏ hơn đường kính ngoài của phần thân (C).

A.4 Kiểm tra tính năng vận hành của thiết bị

A.4.1 Chất chuẩn được chứng nhận (CRM) – CRM 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) 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 RR:D02-1007) hoặc Hướng dẫn ISO 34 và 35.

**Bảng A.4.1 Giá trị điểm chớp cháy đặc trưng TCVN 2693 : 2007(ASTM D 93)
và giới hạn đặc trưng cho CRM**

CHÚ THÍCH có thể tham khảo các số liệu hỗ trợ cho chương trình nghiên cứu liên phòng thử nghiệm để tìm điểm chớp cháy nêu trong bảng A.4.1 trong báo cáo RR: S15-1010 của tổ chức ASTM.

Hydrocarbon	Độ tinh khiết, mol %	Điểm chớp cháy, °C	Giới hạn, °C
n-decan	99+	52,8	± 2,3
n-undecan	99+	68,7	± 3,0
n-tetradecan	99+	109,3	± 4,8
n-hexadecan	99+	133,9	± 5,9

A.4.1.1 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.4.1 (xem Chú thích A.4.2). 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. Xem báo cáo RR: S15-1008 của tổ chức ASTM.

CHÚ THÍCH A.4.1 Chất chuẩn, độ tinh khiết, giá trị điểm chớp cháy và các giới hạn nêu tại Bảng A.4.1 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 tiêu chuẩn 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.4.2 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.4.2.1 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 ASTM MNL.7).

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 không có điểm chớp 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 3.1.3. 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 trên 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 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 trong 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 chớp 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 không tinh khiết không có điểm chớp cháy do chịu ảnh hưởng của vật liệu không bắt cháy, cũng có thể tạo hỗn hợp dễ bắt cháy nếu tạo pha hơi với không khí theo tỷ lệ thích hợp.
