

TCVN 2693 - 1995

SẢN PHẨM DẦU MỎ
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHỚP LỬA CỐC KÍN

Soát xét lần 1

HÀ NỘI - 1995

SẢN PHẨM DẦU MỎ

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐIỂM CHỚP LỬA CỐC KÍN

Petroleum product
Test method for flash point cup tester

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này xác định điểm chớp lửa cốc kín của mazút, dầu nhờn, các chất lỏng có chứa hạt rắn lơ lửng, các chất lỏng có xu hướng tạo thành màng trên bề mặt dưới các điều kiện kiểm tra và các chất lỏng khác bằng máy đo chớp lửa PENSKY - MARTEN.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 2715 - 78 Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ - Phương pháp lấy mẫu thử

TCVN 3575 - 81 Công nghiệp dầu mỏ - Tên gọi và giải thích

3 Định nghĩa

Điểm chớp lửa cốc kín là nhiệt độ thấp nhất (đã được hiệu chỉnh về áp suất khí quyển 760 mm Hg hoặc 101,3 kPa) mà ở đó hỗn hợp hơi của mẫu và không khí trên mặt mẫu trong cốc bị chớp lửa khi đưa ngọn lửa thử qua mặt cốc dưới điều kiện thử nghiệm và lập tức truyền lan khắp mặt thoáng của mẫu.

Chú thích : Đôi khi ở gần điểm chớp lửa thực, việc sử dụng ngọn lửa thử gây nên một quầng sáng màu xanh hoặc ngọn lửa lan rộng, đó không phải là điểm chớp lửa thực có thể bỏ qua.

4 Tóm tắt phương pháp

Mẫu được đun nóng trong cốc với tốc độ chậm đều và khuấy liên tục. Mở nắp trên nắp và đưa ngọn lửa nhỏ qua mặt cốc với khoảng thời gian nhất định và đóng nắp ngừng khuấy. Điểm chớp lửa là nhiệt độ thấp nhất mà ở đó hỗn hợp hơi của mẫu và không khí trên bề mặt mẫu chớp lửa và ngay lập tức truyền lan khắp mặt thoáng khi có ngọn lửa đưa qua.

5 Thiết bị, hóa chất

5.1 Máy đo nhiệt độ chớp lửa cốc kín bán tự động PENSKY - MARTEN (xem phụ lục A)

Máy đo gồm có bếp gia nhiệt, cốc thử nghiệm, và nắp đậy theo các yêu cầu kỹ thuật (xem phụ lục A).

5.2 Nhiệt kế có khoảng nhiệt độ từ (-)6 - (+)400°C, có giá trị mỗi vạch chia 1°C.

5.3 Dung môi và nước để làm sạch cốc

Chú ý: Yêu cầu về an toàn

Cần phải thực hiện và tuân theo quy tắc về an toàn lao động trong khi sử dụng lán đầu ngọn lửa thử bởi vì các mẫu nguyên liệu có điểm chớp lửa thấp có thể tạo nên chớp lửa quá mạnh, bất thường.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 lấy mẫu kiểm tra theo TCVN 2715 - 78

6.2 Bảo quản mẫu trong các phương tiện kín, không rò rỉ, tránh bay hơi các phần nhẹ. Khi rót mẫu từ chai này sang chai khác phải tiến hành ở nhiệt độ thấp hơn điểm chớp lửa dự đoán ít nhất là 8°C

6.3 Mẫu của các chất có độ nhớt cao có thể được hâm nóng cho đến khi thành chất lỏng trước khi thử nghiệm để dễ rót vào cốc song phải thấp hơn điểm chớp lửa dự đoán của mẫu là 17°C.

6.4 Các mẫu có nước hòa tan hoặc có nước tự do thì có thể khử nước bằng canxi clorua (CaCl_2) hoặc bằng giấy lọc định tính, cũng có thể đun nóng mẫu như mục 6.3.

7 Chuẩn bị thiết bị

Đặt thiết bị trên một mặt bàn bằng phẳng và chắc chắn. Quây tấm chắn ba phía, tấm chắn làm bằng tôn, mặt trong sơn đen, mỗi tấm rộng 450mm dài 600mm. Nếu thử nghiệm ở trong phòng riêng, hoặc trong tủ hút thì tốt nhưng không bắt buộc.

8 Tiến hành thử nghiệm

8.1 Rửa sạch, sấy khô các bộ phận của cốc trước khi bắt đầu thử nghiệm để loại bỏ hết dung môi dùng để rửa thiết bị được đảm bảo đúng. Đổ mẫu cần kiểm tra vào cốc thử đến mức qui định. Đậy nắp và đặt cốc của bếp vào máy. Lắp nhiệt kế.

8.2 Châm ngọn lửa thử và điều chỉnh nó sao cho dạng của ngọn lửa gắn với hình cầu có đường kính là 4mm. Sử dụng ngọn lửa bằng cách vận bộ phận trên nắp để điều khiển cửa số và que đốt sao cho ngọn lửa được quét qua hỗn hợp hơi trên mặt cốc trong 0,5 giây, để ở vị trí đó 1 giây rồi nhanh chóng nhấc lên vị trí cao hơn đồng thời ngừng khuấy mẫu.

8.3 Chế độ cấp nhiệt và tốc độ gia nhiệt

8.3.1 Tiến hành thử các sản phẩm dầu mỏ

8.3.1.1 Cấp nhiệt ngay từ đầu với tốc độ tăng nhiệt độ của mẫu từ 5 - 6°C/phút ở nhiệt độ thấp hơn điểm chớp lửa dự đoán là 15 - 5°C đồng thời bật máy khuấy tốc độ 90 - 120 vòng/ phút, cánh khuấy hướng xuống phía dưới.

8.3.1.2 Tiến hành châm lửa thử khi nhiệt độ thử cách điểm chớp lửa dự đoán từ 17 - 28°C. Nếu điểm chớp lửa của sản phẩm trên 110°C thì cứ sau mỗi lần tăng thêm 1°C tiến hành châm lửa 1 lần.

Nếu điểm chớp lửa của sản phẩm trên 110°C thì cứ sau mỗi lần tăng 2°C tiến hành châm lửa 1 lần.

8.3.2 Tiến hành thử nghiệm các chất tạo màng.

8.3.2.1 Đưa cốc có mẫu kiểm tra và thiết bị đến nhiệt độ thấp hơn điểm chớp lửa dự đoán $15 \pm 5^{\circ}\text{C}$ hoặc 11°C . Khuấy mẫu với tốc độ 250 ± 10 vòng/ phút cánh khuấy hướng xuống dưới. Tăng dần nhiệt độ với tốc độ $1 - 1,5^{\circ}\text{C}/\text{phút}$.

Chú thích : Khi kiểm tra để xác định có lẫn các chất dễ bay hơi hay không thì không cần tuân theo giới hạn nhiệt độ đối với châm lửa lần đầu như nêu trong mục 8.3.1.2.

8.4 Ghi lại nhiệt độ trên nhiệt kế là điểm chớp lửa quan sát được khi ngọn lửa gây nên chớp lửa thực sự bên trong cốc. Nhưng không được nhầm lẫn giữa điểm chớp lửa thực với quang sáng thỉnh thoảng bao quanh ngọn lửa kiểm tra.

9 Xử lý kết quả

9.1 Quan sát và ghi lại áp suất môi trường trong phòng thí nghiệm tại thời điểm kiểm tra, khi áp suất 760 mmHg thì hiệu chỉnh lại điểm chớp lửa như sau :

Điểm chớp lửa được hiệu chỉnh = $C + 0,25(101,3 - P)$

Điểm chớp lửa được hiệu chỉnh = $C + 0,033(760 - P)$

Trong đó :

C : là điểm chớp lửa quan sát được tính theo $^{\circ}\text{C}$

P : là áp suất môi trường tính theo KPa

P : là áp suất môi trường tính theo mmHg

9.2 Ghi lại điểm chớp lửa quan sát được chính xác tới $0,5^{\circ}\text{C}$.

Điểm chớp lửa đã được hiệu chỉnh là điểm chớp lửa cốc kín của mẫu được kiểm tra.

10 Độ chính xác

10.1 Tiến hành thử nghiệm các sản phẩm dầu mỏ

10.1.1 Độ lặp lại

Hai kết quả thu được do cùng một người phân tích kiểm tra trong cùng một mẫu, trên cùng một thiết bị theo phương pháp này, sẽ bị coi là nghi ngờ nếu chúng khác nhau quá các giá trị sau (xem bảng 1).

Bảng 1

Phạm vi điểm chớp lửa, °C	Độ lặp lại, °C
Từ 35 đến 43	2
đến 104	2
lớn hơn 104	5,5

10.1.2 Độ tái lập

Hai kết quả thu được do người phân tích ở hai phòng thí nghiệm khác nhau kiểm tra trong cùng một mẫu, trên cùng một loại thiết bị theo phương pháp này sẽ bị coi là nghi ngờ nếu chúng khác nhau quá các giá trị sau (xem bảng 2).

Bảng 2

Phạm vi điểm chớp lửa, °C	Độ lặp lại, °C
Từ 35 đến 43	3,5
đến 104	3,5
lớn hơn 104	8,5

10.2 Tiến hành thử nghiệm các chất tạo màng

10.2.1 Độ lặp lại

Giá trị trung bình của hai kết quả thử nghiệm do cùng một người phân tích kiểm tra trong cùng một phòng thí nghiệm, trên cùng một mẫu và cùng một thiết bị theo phương pháp này so với giá trị trung bình của hai kết quả thử nghiệm trong ngày khác bị coi là nghi ngờ nếu chúng khác nhau quá 5°C.

10.2.2 Độ tái lập

Giá trị trung bình của hai kết quả do cùng một người phân tích làm trong một ngày, kiểm tra trong cùng một mẫu, trên một loại thiết bị theo phương pháp này, so với giá trị trung bình của hai kết quả do hóa nghiệm viên khác tiến hành hoặc phòng thí nghiệm khác tiến hành bất kỳ ngày nào sẽ bị coi là nghi ngờ nếu chúng khác nhau quá 10°C.

PHỤ LỤC A

TIÊU CHUẨN KỸ THUẬT THIẾT BỊ

A.1 Thiết bị được nêu trên hình 1 gồm có : Cốc kiểm nghiệm, nắp đậy bếp gia nhiệt và bộ phận thử chế tạo theo các yêu cầu kỹ sau :

A.1.1 Cốc - Cốc có thể làm bằng đồng thau hoặc kim loại không bị gỉ có độ dẫn nhiệt tương đương và tuân theo các kích thước nêu ở (hình 2) trên miệng cốc có gờ để cố định vị trí của cốc trong bếp, cốc có tay cầm, tay cầm không nặng quá để khỏi đổ cốc khi không chứa mẫu.

A.1.2 Nắp đậy : làm bằng đồng thau có bốn lỗ hờ A, B, C, D và có cửa sổ để quay giữa hai chốt hãm đóng mở các lỗ A, B, C. nắp còn có bộ phận châm lửa, ngọn lửa và máy khuấy. (Xem hình 3)

A.1.2.1 Bộ phận châm ngọn lửa: Bộ phận cung cấp lửa (hình 4) có một ống đầu hỏ, đường kính 0,69 - 0,97mm, ống này làm bằng thép không gỉ hoặc có thể làm bằng kim loại khác phù hợp. Bộ phận châm ngọn lửa sẽ được lắp một cơ cấu điều khiển để khi cửa chớp ở vị trí mở sẽ nhúng đầu ngọn lửa vào tâm của cửa chớp nằm giữa chỗ phẳng ở trên và dưới của nắp, đúng ở điể trên bán kính đi qua tâm cửa chớp lớn A (hình 3).

A.1.2.2 Ngọn lửa chong (ngọn lửa thấp thường trực): có thể tự động châm lại ngọn lửa thử. Một quả cầu có đường kính 4mm được lắp trên nắp sao cho kích thước của ngọn lửa thử được điều chỉnh bằng cách so sánh với hình cầu ấy. Miệng ống que lửa chong có cùng kích thước như miệng ống que lửa thử đường kính 0,69 đến 0,77mm.

A.1.2.3 Bộ phận khuấy

Nắp được lắp với bộ phận khuấy đặt ở tâm của nắp và có hai cánh khuấy kim loại hình 4 cánh khuấy dưới được thể hiện bằng chữ L, M, N cánh khuấy này có độ dài xấp xỉ 38mm, rộng 8mm và đặt nghiêng 45°.

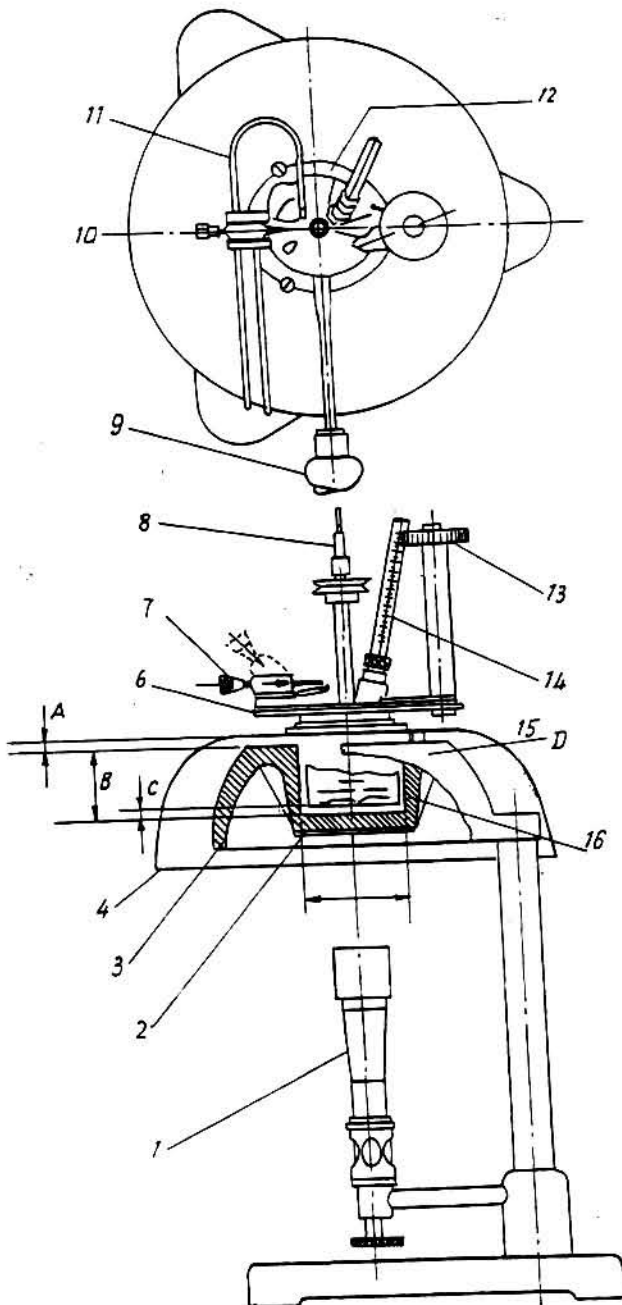
Cánh khuấy trên được thể hiện bằng các chữ A, B, G có độ dài 19mm rộng 8 mm và được đặt nghiêng 45°. Hai cánh khuấy được đặt trên một trục khuấy sao cho khi nhìn từ dưới lên cánh của một cánh khuấy ở vị trí 0 và 180° thì cánh của thanh khuấy kia là 90 và 120°. Cả hai cánh khuấy được lắp vào mô tơ bằng trục mềm hoặc một bộ chuyển động thích hợp.

A.1.3 Bếp gia nhiệt gồm có bếp cách khí và tấm đỡ để đặt cốc

A.1.3.1 Bếp cách khí có phần bên trong hình ống và tuân theo các yêu cầu về kích thước như nêu ở hình 1. Bếp cách khí có thể là đèn khí, tấm điện trở hoặc bằng dây điện trở. Dù trong trường hợp nào, bếp cách khí cần phải đạt tới nhiệt độ cần thiết mà không bị biến dạng.

A.1.3.2 Tấm đỡ

Tấm đỡ làm bằng kim loại và được đặt sao cho tạo ra một khe hở không khí giữa nó và bếp cách khí. Nó có thể ngăn bếp với cánh khuấy bằng 3 đinh ốc và có bọc để ngăn cách. Lớp bọc phải có độ dày thích hợp để tạo nên khe hở không khí 4,8mm và có đường kính của lớp bọc không lớn hơn 9,5mm.

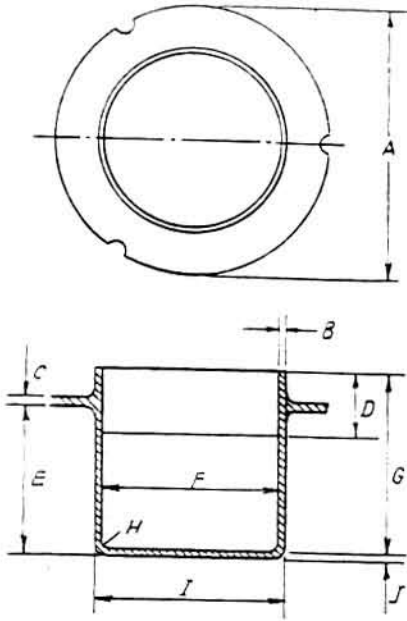


- 1 - Bếp điện hoặc bếp lửa
 2 - Bể dày tối thiểu của tấm kim loại bọc quanh cốc
 3 - Thùng khí
 4 - Bọc kim loại
 5 - Khe hở
 6 - Nắp
 7 - Bộ phận châm lửa
 8 - Cán điều khiển cánh khuấy
 9 - Điều khiển (tùy ý) (không được chạm vào cốc không có mẫu)
 10 - Mặt trước
 11 - Ống dẫn
 12 - Cửa chớp
 13 - Núm điều khiển cửa chớp
 14 - Nhiệt kế
 15 - Thanh giằng
 16 - Cốc thử nghiệm

Kích thước mm
 Nhỏ nhất Lớn nhất

A	4,37	5,16
B	41,94	42,16
C	1,58	3,18
D	—	9,52

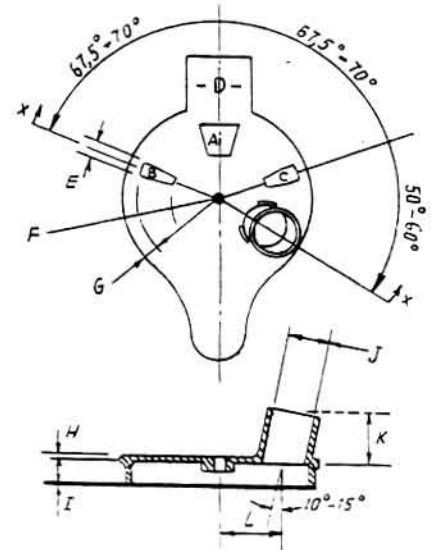
Hình 1 : Thiết bị cốc kín PENSKY - MARTEN



Kích thước mm

	Nhỏ nhất	Lớn nhất
A	79,0	79,8
B	10	—
C	2,8	3,6
D	21,72	21,84
E	45,47	45,72
F	50,72	50,85
G	55,75	56,00
H	3,8	4,0
I	53,90	54,02
J	2,29	2,54

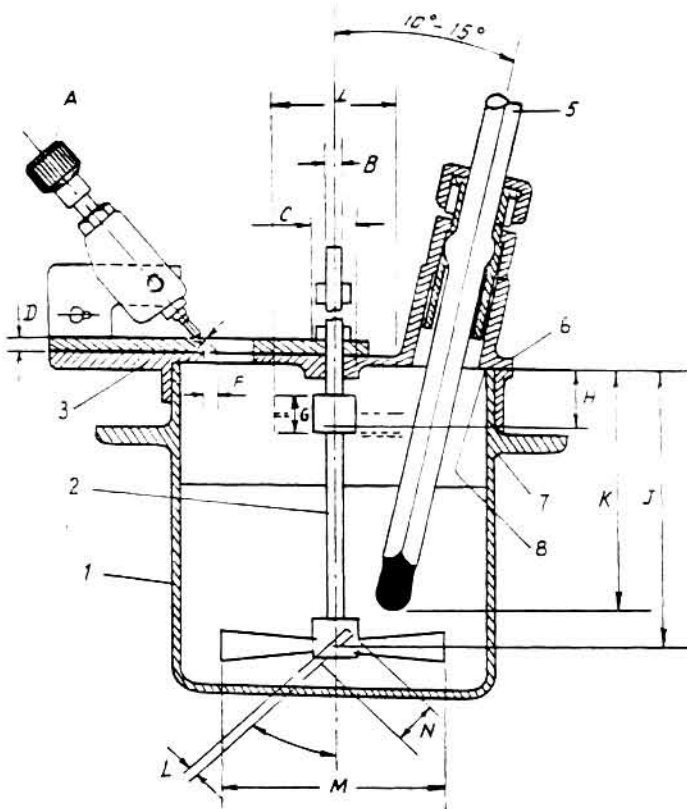
Hình 2. Cốc thử nghiệm



Kích thước, mm
Nhỏ nhất Lớn nhất

	Nhỏ nhất	Lớn nhất
D	12,7	13,5
E	4,8	5,6
F	13,5	14,3
G	23,8	24,6
H	1,2	2,0
I	7,9	—
J	12,27	12,32
K	16,38	16,64
L	18,65	19,45

Hình 3. Nắp cốc



- 1 - Cốc thử nghiệm
- 2 - Cán cánh khuấy
- 3 - Cửa chớp
- 4 - Bộ phận châm lửa
- 5 - Nhiệt kế
- 6 - Nắp
- 7 - Khe hở
- 8 - Miệng cốc khít với bề mặt bếp trong của nắp theo chu vi.

Kích thước, mm

	Nhỏ nhất	Lớn nhất
A	18,3	19,8
B	2,38	3,18
C	7,6	8,4
D	2,0	2,8
E	0,69	0,79
F	2,0	2,8
G	6,4	10,4
H	9,6	11,2
I	43,0	46,0
J	50,0	51,6
K	—	0,36
L	1,22	2,06
M	31,8	44,4
N	7,6	8,4

Hình 4 : Cốc thử nghiệm và lắp ráp nắp cốc