

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6874-3:2013

ISO 11114-3:2010

Xuất bản lần 2

**CHAI CHỨA KHÍ - TÍNH TƯƠNG THÍCH CỦA VẬT LIỆU
LÀM CHAI VÀ LÀM VAN VỚI KHÍ CHỨA -
PHẦN 3: THỬ ĐỘ TỰ BỐC CHÁY ĐỐI VỚI VẬT LIỆU
PHI KIM LOẠI TRONG MÔI TRƯỜNG OXY**

*Gas cylinders - Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents -
Part 3: Autogenous ignition test for non-metallic materials in oxygen atmosphere*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 6874-3:2013 thay thế TCVN 6874-3:2001 (ISO 11114-3:1999).

TCVN 6874-3:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 11114-3:2010.

TCVN 6874-3:2013 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn Quốc gia TCVN/TC58 *Chai chứa khí* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 6874 (ISO 11114) *Chai chứa khí – Tính tương thích của vật liệu làm chai và làm van với khí chứa* bao gồm các phần sau:

- *Phần 1: Vật liệu kim loại;*
- *Phần 2: Vật liệu phi kim loại;*
- *Phần 3: Thử độ tự bốc cháy đối với vật liệu phi kim loại trong môi trường oxy;*
- *Phần 4: Phương pháp thử để lựa chọn vật liệu kim loại chịu được sự giòn do hydro.*

Chai chứa khí - Tính tương thích của vật liệu làm chai và làm van với khí chứa -

Phần 3: Thử độ tự bốc cháy đối với vật liệu phi kim loại trong môi trường oxy

Gas cylinders - Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents -

Part 3: Autogenous ignition test for non-metallic materials in oxygen atmosphere

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thử để xác định nhiệt độ tự bốc cháy của các vật liệu phi kim loại trong khí oxy nén.

Nhiệt độ tự bốc cháy là một chỉ tiêu để phân cấp vật liệu và có thể được dùng để lựa chọn vật liệu sử dụng trong môi trường có khí oxy.

Tiêu chuẩn này được sử dụng để lựa chọn các vật liệu phi kim loại dùng cho các chai chứa khí và các phụ tùng, ví dụ, lựa chọn các vật liệu để đáp ứng yêu cầu cho thử kiểu và tính tương thích với oxy hóa cao như đã quy định trong TCVN 7163 (ISO 10297).

2 Nguyên tắc thử

Một lượng nhỏ vật liệu thử được nung nóng trong khí oxy nén. Thực hiện việc ghi liên tục áp suất và nhiệt độ để xác định điểm tự bốc cháy, tại điểm này quan sát sự tăng đột ngột của nhiệt độ và áp suất (điểm này được gọi là nhiệt độ tự bốc cháy).

3 Chuẩn bị các mẫu thử

Các mẫu thử phải được chuẩn bị sao cho tránh được sự nhiễm bẩn.

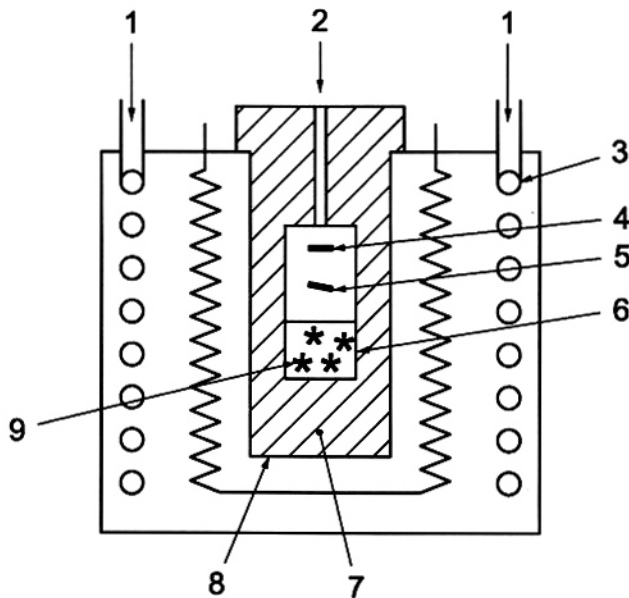
TCVN 6874-3:2013

Các mẫu thử có thể ở dạng lỏng hoặc rắn. Trong trường hợp các mẫu thử rắn, vật liệu phải được chia nhỏ. Khối lượng mẫu thử dùng cho mỗi lần thử ở trong khoảng từ 0,06 g đến 0,5 g.

Khối lượng này nên được điều chỉnh theo thể tích buồng thử. Một mẫu từ 0,06 g đến 0,5 g trong một buồng thử có thể tích từ 30 cm³ đến 250 cm³ được xem là thích hợp.

4 Thiết bị thử

Hình 1 giới thiệu ví dụ về một thiết bị thử thích hợp. Mẫu thử được đặt trong một bình nhỏ chứa khí trơ, được làm sạch cẩn thận, bình được đặt trong một buồng phản ứng bên trong một lò điện có công suất đủ lớn để tăng nhiệt độ với tốc độ không đổi như quy định trong Điều 6.



CHÚ DẪN:

- | | |
|---------------------------|----------------------|
| 1 Nước. | 6 Bình chứa mẫu thử. |
| 2 Oxy. | 7 Buồng phản ứng. |
| 3 Cuộn ống làm mát. | 8 Bộ nung bằng điện. |
| 4 Bộ chuyển đổi áp suất. | 9 Mẫu thử. |
| 5 Bộ chuyển đổi nhiệt độ. | |

Hình 1- Ví dụ về thiết bị thử sự bốc cháy

Bố trí một cặp nhiệt càng gần với mẫu thử càng tốt. Cặp nhiệt độ phải có độ chính xác ± 2 °C trong khoảng từ 25 °C đến 500 °C.

Phải có bộ chuyển đổi áp suất. Độ chính xác của bộ chuyển đổi áp suất là 1% đối với toàn thang đo.

Có thể dùng cơ cấu điều chỉnh áp suất nếu muốn giữ áp suất của oxy không đổi trong quá trình thử.

Nhiệt độ tự bốc cháy có thể phụ thuộc vào áp suất của khí oxy. Khi áp suất của oxy tăng lên, nhiệt độ tự bốc cháy giảm đi và ổn định ở một áp suất xác định. Do đó, để phân cấp các vật liệu khi cần xác định nhiệt độ tự bốc cháy nhỏ nhất, nên dùng áp suất bắt đầu 100 bar.

Thiết bị và đặc biệt là buồng phản ứng phải được thiết kế để chịu được các phản ứng dữ dội ở bên trong (sự nổ). Trong một số thiết kế, các dụng cụ đo nhiệt độ và áp suất có thể được tiếp xúc với ngọn lửa từ mẫu thử.

5 Độ tinh khiết của oxy

Oxy dùng để thử phải có độ tinh khiết tối thiểu là 99,5 % theo thể tích. Nồng độ hydro cacbon phải được hạn chế tới 100×10^{-6} theo thể tích (phần số lẻ của thể tích $\leq 10^{-4}$).

6 Tiến hành thử

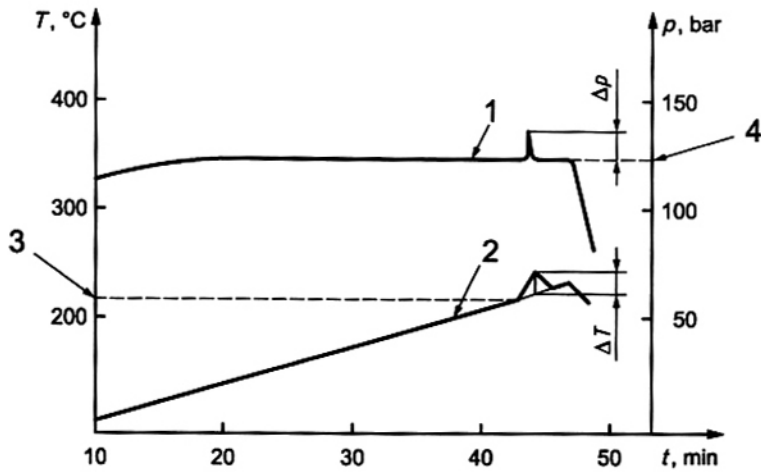
Bình chứa mẫu thử được đặt trong buồng phản ứng. Buồng phản ứng được bít kín lại và được làm sạch bằng oxy để loại bỏ hết không khí và các sản phẩm cháy có thể còn sót lại từ các lần thử trước. Phương pháp làm sạch phổ biến là tạo ra trong buồng phản ứng áp suất tới 10 bar và thông với áp suất khí quyển và lặp lại quy trình này ba lần. Áp suất của khí oxy sau đó được tăng lên tới áp suất yêu cầu cho thử nghiệm cụ thể.

Nhiệt độ sau đó được tăng lên với tốc độ nung nóng không đổi để đạt tới nhiệt độ tự bốc cháy hoặc tới nhiệt độ lớn nhất 500 °C. Tốc độ nung nóng phải được ghi lại. Nếu cần có áp suất không đổi, phải thực hiện việc kiểm tra một cách đầy đủ.

Từ việc ghi lại liên tục hai thông số (nhiệt độ và áp suất), xác định được nhiệt độ tự bốc cháy tương ứng với sự tăng đột ngột của nhiệt độ và áp suất do phản ứng ở bên trong gây ra (xem Hình 2).

CHÚ THÍCH: Việc sử dụng tốc độ nung nóng cao (lớn hơn 20 °C/min), khi dùng lò điện có sợi đốt có thể dẫn đến nhiệt độ tự bốc cháy thấp hơn so với khi dùng tốc độ nung nóng bình thường (giữa 5 °C/min và 20 °C/min).

CHÚ THÍCH: Hình 2 giới thiệu biểu đồ nhiệt độ và áp suất – thời gian đối với thử nghiệm tự bốc cháy điển hình được thực hiện ở áp suất gần như không đổi.



CHÚ DẪN:

- 1 Áp suất.
- 2 Nhiệt độ.
- 3 Nhiệt độ tự bốc cháy.
- 4 Δp .

Hình 2 – Biểu đồ của thử nghiệm tự bốc cháy điển hình

7 Kết quả

Nhiệt độ tự bốc cháy là nhiệt độ, tính theo độ Celsius ($^{\circ}\text{C}$), tại đó bắt đầu sự tăng đột ngột của nhiệt độ và sự tăng tương ứng của áp suất.

Điểm này được xác định từ biểu đồ ghi nhiệt độ và áp suất - thời gian như đã minh họa trên Hình 2. Biên độ của độ tăng nhiệt độ, ΔT và độ tăng áp suất, Δp do sự bốc cháy gây ra được xác định như đã minh họa trên Hình 2.

CHÚ THÍCH 1: Trong một số trường hợp, với tư cách làm một tiêu chí (chuẩn) nghiệm thu, một vật liệu có thể cần phải có nhiệt độ tự bốc cháy cao hơn giá trị tới hạn quy định.

CHÚ THÍCH 2: Độ tăng nhiệt độ và tăng áp suất, ΔT và Δp (xem Hình 2) đặc trưng cho sự dữ dội của phản ứng. Cũng có thể áp dụng các yêu cầu đặc biệt cho hai thông số này.

CHÚ THÍCH 3: Do các độ tăng nhiệt độ và tăng áp suất, ΔT và Δp chịu ảnh hưởng bởi quan hệ giữa cỡ mẫu thử, thể tích của buồng phản ứng và công suất nhiệt của lò nung nên không thể dễ dàng thực hiện việc so sánh giữa các kết quả từ các kiểu thiết bị khác nhau.

8 Báo cáo thử

Các kết quả thử phải được ghi lại trong báo cáo thử, một ví dụ về báo cáo thử được giới thiệu trong Phụ lục A.

Phụ lục A
(Tham khảo)
Báo cáo thử nghiệm

THỬ ĐỘ TỰ BỐC CHÁY TCVN 6874-3 (ISO 11114-3)			Số thử nghiệm Ngày		
1 THỬ NGHIỆM DO KHÁCH HÀNG THỰC HIỆN					
2 VẬT LIỆU ĐƯỢC THỬ					
Chức năng:		Nhiệt độ, °C		Áp suất, bar	
Các điều kiện sử dụng:					
Loại chung:					
Tình trạng, hình dạng, vẻ bề ngoài:					
Nhà sản xuất:					
Nhà cung cấp					
Tên thương mại					
3 ĐIỀU KIỆN VÀ KẾT QUẢ THỬ					
Khối lượng của mẫu thử, g:					
Tốc độ nung nóng, °C/min					
Áp suất ban đầu, bar:					
Áp suất, bar			Nhiệt độ, °C		
Thử độ tự bốc cháy	Đỉnh	Δp	Thử độ tự bốc cháy	Đỉnh	ΔT
Các nhận xét					
4 NHIỆT ĐỘ TỰ BỐC CHÁY, °C					

5 NHẬN XÉT

Chữ ký của người được ủy quyền
(và ký hiệu nhận diện của phòng thử nghiệm)

Người sử dụng biểu mẫu này được phép sao
lại biểu mẫu này

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 4589-3, *Plastics – Determination of burning behaviour by oxygen index – Part 3: Elevated-temperature test* (Chất dẻo – Xác định trạng thái dễ cháy bằng chỉ số oxy – Phần 3: Thử nhiệt độ nâng cao).
- [2] TCVN 7163 (ISO 10297), *Chai chứa khí di động – Van chai – Điều kiện kỹ thuật và thử kiểu.*
- [3] TCVN 6874-1 (ISO 11114-1), *Chai chứa khí – Tính tương thích của vật liệu làm chai và làm van với khí chứa - Phần 1: Vật liệu kim loại;*
- [4] TCVN 6874-2 (ISO 11114-2), *Chai chứa khí di động – Xác định tính tương thích của vật liệu làm chai chứa và làm van với khí chứa - Phần 2: Vật liệu phi kim loại;*
- [5] TCVN 6874-4 (ISO 11114-4), *Chai chứa khí – Tính tương thích của vật liệu làm chai và làm van với khí chứa – Phần 4: Phương pháp thử để lựa chọn các vật liệu kim loại chịu được giòn do hydro).*
- [6] ISO 21010, *Cryogenic vessels – Gas/materials compatibility* (Bình chịu nhiệt độ thấp – Tính tương thích của khí/vật liệu)
- [7] LAPIN, A. Oxygen Compatibility of Materials. *Reliability and Safety of Air Separation Plant Annex 1973-1 to "Bulletin de l'Institut International du Froid"*, 1973, pp. 79-94
- [8] MCQUAID, R.W., SHEETS, D.G. and BIEBERICH, M.J. Determination of Autogenous Ignition Temperatures of a Steam Turbine Lubricating Oil in Nitrogen and Oxygen Mixtures. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: First Volume*, ASTM STP 812 (ed. WERLEY, B.L.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1983, pp. 43-55
- [9] MCILROY, K. and ZAWIERUCHA, R. The Use of the Accelerating Rate Calorimeter in Oxygen Compatibility Testing. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Second Volume*, ASTM STP 910 (ed. BENNING, M.A.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1986, pp. 98-107
- [10] BRYAN, C.J. and LOWRIE, R. Comparative Results of Autogenous Ignition Temperature Measurements by ASTM G72 and Pressurized Scanning Calorimetry in Gaseous Oxygen. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Second volume*, ASTM STP 910 (ed. BENNING, M.A.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1986, pp. 108-117.
- [11] MCILROY, K., DRNEVICH, R.F. and ZAWIERUCHA, R. Accelerating Rate Calorimeter Studies of Metal Oxide Interactions with Hydrocarbons in High-Pressure Oxygen. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Third Volume*, ASTM STP 986 (ed. SCHROLL, D.W.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1988, pp. 134-

- [12] SWINDELLS, I., NOLAN, P.F. and WHARTON, R.K. Spontaneous Ignition Temperatures of Nonmetals in Gaseous Oxygen. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Third Volume*, ASTM STP 986 (ed. SCHROLL, D.W.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1988, pp. 206-217
- [13] WEGNER, W., BINDER, C., HENGSTENBERG, P., HERRMAN, K.P. and WEINERT, D. Tests to Evaluate the Suitability of Materials for Oxygen Service. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Third Volume*, ASTM STP 986 (ed. SCHROLL, D.W.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1988, pp. 268-278
- [14] LOCKHART, B.J., HAMPTON, M.D. and BRYAN, C.J. The Oxygen Sensitivity/Compatibility Ranking of Several Materials by Different Test Methods. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fourth Volume*, ASTM STP 1040 (eds. STOLTZFUS, J.M., STRADLING, J.S. and BENZ, F.J.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1989, pp. 93-105
- [15] WHARTON, R.K., NOLAN, P.F. and SWINDELLS, I. Further Studies of Factors That Affect the Spontaneous Ignition Temperature of Nonmetallic Materials in Gaseous Oxygen. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fourth Volume*, ASTM STP 1040 (eds. STOLTZFUS, J.M., STRADLING, J.S. and BENZ, F.J.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1989, pp. 106-124
- [16] CURRIE, J.L., IRANI, R.S. and SANDERS, J. The Ignition Behaviour of Silicone Greases in Oxygen Atmospheres. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fourth Volume*, ASTM STP 1040 (eds. STOLTZFUS, J.M., STRADLING, J.S. and BENZ, F.J.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1989, pp. 125-141
- [17] TAPPHORN, R.M., SHELLEY, R. and BENZ, F.J. Test Developments for Polymers in Oxygen-Enriched Atmospheres. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fifth Volume*, ASTM STP 1111 (eds. STOLTZFUS, J.M. and MCILROY, K.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1991, pp. 43-59
- [18] LOWRIE, R., GARCIA, H. and HENNIGSON, R.L. Automation of Autogenous Ignition Equipment *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fifth Volume* ASTM STP 1111 (eds. STOLTZFUS, J.M. and MCILROY, K.), American Society for Testing and Materials Philadelphia, PA, 1991, pp. 75-86
- [19] DE MONOCAULT, J.M., GARCEAU, P. and VAGNARD, G. Oxygen Compatibility of Materials and Equipment for the Vulcain European Rocket Engine. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fifth Volume*, ASTM STP 1111 (eds. STOLTZFUS, J.M. and MCILROY, K.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1991, pp. 475-488

- [20] VAGNARD, G., DELODE, G. and BARTHÉLÉMY, H. Test Methods and Interpretation of Results for Selecting Nonmetallic Materials for Oxygen Service. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fifth Volume*, ASTM STP 1111 (eds. STOLTZFUS J.M. and MCILROY, K.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1991, pp. 489-505
- [21] BARTHÉLÉMY, H., DELODE, G. and VAGNARD, G. Ignition of Materials in Oxygen Atmospheres: Comparison of Different Test Methods for Ranking Materials. *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Fifth Volume*, ASTM STP 1111 (eds. STOLTZFUS, J.M. and MCILROY, K.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1991, pp. 506-515.
-