

TCVN 2641 : 2008

ISO 15267 : 1998

Xuất bản lần 3

**DẦU MỠ ĐỘNG THỰC VẬT –
PHÉP THỬ GIỚI HẠN ĐIỂM CHÁY
BẰNG CỐC THỬ KÍN PENSKEY-MARTENS**

*Animal and vegetable fats and oils –
Flashpoint limit test using Pensky-Martens closed cup flash tester*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 2641:2008 thay thế TCVN 2641-93;

TCVN 2641:2008 hoàn toàn tương đương với ISO 15267:1998;

TCVN 2641:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F2 *Dầu mỡ động thực vật* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dầu mỡ động thực vật – Phép thử giới hạn điểm cháy bằng cốc thử kín Pensky-Martens

Animal and vegetable fats and oils – Flashpoint limit test using Pensky-Martens closed cup flash tester

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định điểm cháy đối với mẫu dầu hoặc mỡ tại nhiệt độ đã cho khi ngọn lửa thử nghiệm tiếp xúc với mẫu trong các điều kiện qui định.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho dầu mỡ động thực vật và dầu mỡ hải sản. Dầu và mỡ có thể chứa hoặc không chứa một lượng nhỏ hàm lượng chất bay hơi dễ cháy nổ.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 sửa đổi.

TCVN 6128:2007 (ISO 661:2003), Dầu mỡ động vật và thực vật. Chuẩn bị mẫu thử.

ISO 2719:1988, Petroleum products and lubricants – Determination of flash point – Pensky-Martens closed cup method (Sản phẩm xăng và dầu nhờn – Xác định điểm cháy – Phương pháp cốc thử kín Pensky-Martens).

3 Nguyên tắc

Mẫu được gia nhiệt ở tốc độ chậm, ổn định trong khi vẫn khuấy liên tục. Khi nhiệt độ qui định đã ổn định thì chỉ để ngọn lửa nhỏ tiếp xúc trực tiếp với cốc. Mẫu bắt cháy khi ngọn lửa lớn xuất hiện và ngay lập tức tự lan rộng khắp bề mặt mẫu; bỏ qua quang sáng xung quanh ngọn lửa thử.

TCVN 2641:2008

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Cốc thử kín Pensky-Martens

Chi tiết, xem ISO 2719.

4.2 Nhiệt kế, có dải đo từ 10 °C đến 200 °C.

Cách khác, có thể sử dụng nhiệt kế IP 101 C (có dải đo từ 20 °C đến 150 °C).

4.3 Máy ly tâm phòng thử nghiệm (dạng xoay), kích cỡ đủ lớn để giữ các ống ly tâm 120 ml đã đậy kín.

4.4 Ống ly tâm, dung tích 120 ml, có nắp đậy kín.

5 Thuốc thử

Sử dụng thuốc thử đạt chất lượng phân tích và nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Natri sulfat, dạng khan.

6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625:2007 (ISO 5555:2001)¹⁾ (xem 8.1).

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu thử nghiệm không được hư hỏng hoặc thay đổi trong quá trình bảo quản và vận chuyển.

Mẫu thử nghiệm phải được bảo quản trong các chai làm bằng vật liệu không làm phân tán các hợp chất bay hơi qua thành chai.

CHÚ THÍCH Chai PET hoặc chai thủy tinh là thích hợp. Một số chai bằng chất dẻo (ví dụ: polyetylen hoặc polypropylen) là không thích hợp cho mục đích này.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128:2007 (ISO 661:2003).

¹⁾ TCVN 2625:2007 (ISO 5555:2001) Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.

8 Cách tiến hành

Tiến hành hai phép thử nghiệm lặp lại.

8.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

8.1.1 Trong quá trình chuẩn bị mẫu thử, lấy mẫu hoặc mẫu thử nghiệm để thử thì bất kỳ việc xử lý nào khác cũng cần chú ý giảm tối đa việc chuyển mẫu từ dụng cụ chứa này sang dụng cụ chứa khác. Thực tế cho thấy, việc chuyển mẫu qua lại từ dụng cụ chứa này sang dụng cụ chứa khác có thể làm bay hơi các dung môi dễ bay hơi như: hexan và cho kết quả không chính xác. Vì vậy, các dụng cụ chứa cần được đậy kín.

8.1.2 Nếu ở nhiệt độ phòng, mỡ có trạng thái rắn, thì để nguyên mỡ bên trong dụng cụ chứa ban đầu và gia nhiệt cho mỡ tan chảy từ từ đến nhiệt độ không quá 5 °C so với điểm nóng chảy của mỡ. Tiến hành xác định điểm cháy của mẫu ngay tại nhiệt độ đã được gia nhiệt này.

8.1.3 Chuyển cẩn thận khoảng 90 g mỡ hoặc dầu từ dụng cụ chứa ban đầu vào ống ly tâm (4.4) và thêm 5 g natri sulfat khan (5.1). Lắc mạnh hỗn hợp đựng trong ống nghiệm đậy kín 1 min, sau đó để yên 30 min, duy trì ở nhiệt độ đã gia nhiệt (8.1.2), nếu cần.

8.1.4 Ly tâm dầu mỡ đã xử lý như trong 8.1.3 ở tốc độ 2 500 vòng/min trong thời gian khoảng 3 min hoặc cho đến khi thu được đủ lượng dầu trong suốt để xác định điểm cháy. Thời gian ly tâm tối đa là 5 min.

8.2 Phép xác định

8.2.1 Cho dầu hoặc mỡ dạng lỏng (8.1.4) vào đáy cốc sao cho mặt khum của chất lỏng ngang bằng vạch đánh dấu trên cốc. Đậy nắp lên cốc và lắp cốc vào thiết bị.

Cắm nhiệt kế (4.2) vào thiết bị và treo nhiệt kế sao cho đáy của nhiệt kế cách miệng cốc tối thiểu là 43 mm và tối đa 46 mm, vị trí này tương ứng với mức bề mặt dưới của cửa phần nắp cốc nằm bên trong miệng cốc.

8.2.2 Thắp ngọn lửa thử và điều chỉnh sao cho ngọn lửa có đường kính khoảng 4 mm.

8.2.3 Làm nóng mẫu với tốc độ tăng nhiệt không nhỏ hơn 5 °C/min và không lớn hơn 6 °C/min. Trong quá trình gia nhiệt, chỉnh tốc độ máy khuấy từ 1 vòng/s đến 2 vòng/s.

8.2.4 Ở nhiệt độ qui định (thường là 121 °C), ngừng khuấy và đưa ngọn lửa thử vào mẫu bằng cách chỉnh thiết bị điều khiển mở lá cửa chớp và hạ thấp ngọn lửa đến gần cửa chớp đã mở.

Hạ thấp ngọn lửa thử trong thời gian 0,5 s và quan sát xem khi nào chất lỏng bên trong cốc bắt lửa và bùng cháy rõ.

TCVN 2641:2008

Không nhầm lẫn ngọn lửa bùng cháy với quang sáng màu xanh dương thường thấy xung quanh ngọn lửa thử.

8.2.5 Trong mỗi lần thử không mở nắp cốc quá một lần vì sẽ làm bay hơi dung môi, cho dù chỉ với hàm lượng dung môi nhỏ cũng có thể thoát ra gây cháy. Điều này có thể cho kết quả không chính xác tại nhiệt độ thử đó.

8.2.6 Để mẫu có thể dùng cho các phép thử điểm cháy liên tiếp trên cùng một mẫu thử nghiệm thì phải xác định dải nhiệt độ mà trong đó mẫu sẽ bắt cháy. Tuy nhiên, bất kỳ phép thử xác định dải nhiệt độ nào như vậy cũng không được sử dụng để thiết lập hoặc chứng minh kết quả thử nghiệm đã được ghi lại mà sẽ phải xác định trên mẫu mới.

8.2.7 Nếu cần có thêm thông tin về mức độ chính xác của điểm cháy thì toàn bộ qui trình phải được thực hiện lại ở nhiệt độ khác với 121 °C. Cần phải sử dụng các phần mẫu thử mới cho mỗi phép xác định nhiệt độ.

9 Độ chụm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này không áp dụng được cho các dải nồng độ và chất nền khác so với các dải nồng độ và chất nền đã cho.

10 Báo cáo thử nghiệm

Ghi lại “cháy” hoặc “không cháy” tại nhiệt độ qui định và nêu rõ phương pháp và thiết bị, dụng cụ đã sử dụng.

Nếu thu được các kết quả khác nhau, thì bỏ qua kết quả “không cháy”.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử liên phòng thử nghiệm quốc tế được tiến hành năm 1995 do FOSFA quốc tế và NOFOTA tổ chức. Hai mươi một phòng thử nghiệm của tám quốc gia đã tham gia. Kết quả đưa ra trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm quốc tế đối với phép thử giới hạn điểm cháy ở nhiệt độ 121 °C

Mẫu	Số lượng phòng thử nghiệm gửi kết quả về điểm cháy	Số lượng phòng thử nghiệm báo cáo “có cháy”	Số lượng phòng thử nghiệm báo cáo “không cháy”	Các phòng thử nghiệm báo cáo “có cháy” %	Các phòng thử nghiệm báo cáo “không cháy” %
1	19 ¹⁾	0	18	0,0	100,0
2	19 ²⁾	12	5	70,6	29,4
3	19 ³⁾	4	13	23,5	76,5
4	19 ⁴⁾	0	18	0,0	100,0
5	19 ⁵⁾	15	3	83,3	16,7
6	19	2	17	10,5	89,5

1) Phòng thử nghiệm 12 công bố là dầu bị chảy ra từ chai đựng mẫu và mẫu bị loại bỏ.

2) Phòng thử nghiệm 12 và 21 công bố là dầu bị chảy ra từ chai đựng mẫu và mẫu bị loại bỏ.

3) Phòng thử nghiệm 7 công bố “có cháy” và “không cháy” trong hai lần lặp lại không được đưa vào để tổng hợp.

4) Phòng thử nghiệm 10 công bố “có cháy” và “không cháy” trong hai lần lặp lại.

5) Phòng thử nghiệm 21 công bố là dầu bị chảy ra từ chai đựng mẫu và mẫu bị loại bỏ.