

Zkušební postup pro stanovení bodu vzplanutí. Metoda uzavřeného kelímku podle Pensky- Martense, ČSN EN ISO 2719, za použití přístroje Petrotest PMP - 4

Metoda pro stanovení bodu vzplanutí hořlavých kapalin, kapalin se suspendovanými pevnými látkami, kapalin s tendencí vytvářet povrchový film a dalších kapalin s bodem vzplanutí nad 40 °C.

Přístroj PMP-4 je určen pro stanovení bodu vzplanutí hořlavých kapalin v uzavřeném kelímku v rozsahu 40 °C až 350 °C. Je vybaven snímačem barometrického tlaku a snímačem teploty.

Definice

Bod vzplanutí (flash point)

je nejnižší teplota zkušebního vzorku přepočtená na standardní atmosférický tlak 101,3 kPa, při které aplikace zapalovacího zařízení za předepsaných podmínek zkoušky způsobí vzplanutí par zkušebního vzorku a plamen se rozšíří přes povrch hladiny.

Očekávaný bodu vzplanutí: kvalifikovaný odhad bodu vzplanutí, jehož hodnota je určená na základě dříve provedeného měření nebo na základě údajů publikovaných v ověřených literárních zdrojích.

Podstata zkoušky

Zkušební vzorek se nalije do zkušebního kelímku přístroje podle Penskyho – Martense a zahřívá se tak, aby se jeho teplota za stálého míchání konstantně zvyšovala. Zapalovací zařízení se v pravidelných teplotních intervalech nasměruje otvorem víčka do zkušebního kelímku a současně se přerušuje míchání. Nejnižší teplota, při které aplikace zapalovacího zařízení způsobí vzplanutí par zkušebního vzorku a rozšíření plamene po povrchu kapaliny, se zaznamená jako bod vzplanutí při atmosférickém tlaku okolí. Tato teplota se za použití rovnice přepočítá na standardní tlak.

Pozn.: Přístroj PMP-4 je vybaven programem pro automatický přepočet zjištěné hodnoty na standardní atmosférický tlak a zaokrouhlení výsledků dle požadavků normy.

Pracovní pomůcky

- přístroj PMP-4 (poloautomatický přístroj)
- zkušební kelímek s rukojetí
- zapalovač

Zkušební postup

1. Změří se a zaznamená atmosférický tlak okolí a teplota v laboratoři.
2. Zkušební kelímek se naplní zkoušenou kapalinou po rysku a vloží do vyhřívacího bloku přístroje. **Kelímek se nesmí plnit na přístroji.**
3. Na kelímek se nasadí víčko a vloží se do něj čidlo teploty (Pt-100).

4. Hlavice přístroje se otočí a umístí do měřicí polohy tak, aby silikonová hadička, která slouží jako spojka mezi motorem a míchadlem, dosedla na hřídel míchadla. Zkontroluje se poloha ramínka pro ovládání clony na víčku.
5. Přístroj se zapojí do elektrického proudu a zapne hlavním vypínačem na zadní straně přístroje. Přístroj provede autotest a po zaznění zvukového signálu je na displeji zobrazen klidový stav přístroje (hlášení STANDBY).
6. Provede se kontrola nastavení metody měření, která je předem zvolena na hodnotě: metoda A normy ČSN EN ISO 2719 pro vzorky o nízké viskozitě (hlášení EN-A-Low Visc).
7. Hodnota očekávaného bodu vzplanutí je oznámena odborným asistentem na začátku laboratorního cvičení. Tato hodnota se zadá pomocí tlačítka ENTER a šipek. Nastavené hodnoty se uloží tlačítkem ENTER.
8. Otevře se ventil plynového přívodu na stole a cca po 20 s se zapálí zkušební i pomocný plamen a pomocí regulátoru se jejich velikost upraví na průměr cca 4 mm.
9. Zkouška se zahájí tlačítkem RUN. Po startu se automaticky spustí míchání a záhřev vzorku v kelímku a provede se zkušební zapálení vzorku. Na displeji bude průběh testu signalizován tím, že místo údaje STANDBY bude uveden údaj RUNNING a hodnota teploty se bude zvyšovat.
10. Po dosažení teploty cca 20 °C pod zadanou hodnotou očekávaného bodu vzplanutí zazní zvukový signál a je proveden první zážehový test. Hodnota teploty prvního testu se musí zaznamenat. Další zážehové testy jsou prováděny v pravidelných intervalech podle nárůstu teploty. Hodnocení, zda došlo nebo nedošlo ke vzplanutí, se provádí vizuálně. Prostor nad kapalinou se sleduje okénky ve víčku, které se během testů otevírají.
11. Vzplanutí se projeví zábleskem v kelímku a slabým dutým zvukem. V tomto okamžiku se test ukončí stiskem tlačítka STOP. Tlačítko musí být stisknuto tak dlouho, až zazní zvukový signál (cca 5 s). **Při nedostatečném stisku nedojde ke správnému ukončení a stanovení se musí opakovat.**
12. Po zaznění zvukového signálu se na displeji zobrazí hodnota bodu vzplanutí, zkorigovaná na standardní atmosférický tlak a zaokrouhlená dle požadavků normy, a potvrzení správného průběhu testu „FPok“ nebo chybové hlášení (viz tabulka).
13. Jestliže byl test proveden správně, zjištěná hodnota se zapíše. Dále se pomocí tlačítka ENTER a šipek se na displeji zobrazí hodnoty naměřeného bodu vzplanutí a hodnota korigovaného bodu vzplanutí a také se zaznamenají.
14. Jestliže se po ukončení objeví chybové hlášení (viz tabulka), zkouška se opakuje za podmínek upravených dle pokynů.

TABULKA 1: Chybová hlášení

Test was stopped – Gradient to low	Test byl ukončen automaticky, z důvodu nízkého gradientu ohřevu nebo špatného kontaktu snímače teploty
FPinval	Neplatný test, bod vzplanutí byl detekován při prvním zážehovém testu. Proved'te novou zkoušku a <u>zadejte vyšší hodnotu</u> předpokládaného bodu vzplanutí.
FPlow	Neplatný test. Proved'te novou zkoušku a <u>zadejte nižší hodnotu</u> předpokládaného bodu vzplanutí.
FPhigh	Neplatný test. Proved'te novou zkoušku a <u>zadejte vyšší hodnotu</u> předpokládaného bodu vzplanutí.
OVERFLOW NO FLASHPOINT	Neplatný test. Proved'te novou zkoušku a <u>zadejte vyšší hodnotu</u> předpokládaného bodu vzplanutí. Test byl ukončen přístrojem.

15. Po ukončení testu se zastaví plynový hořák a po krátkém vychladnutí se kelímek vyjme z přístroje a odloží na stůl. Po prochlazení se vzorek vylévá do určené nádoby v digestoři. **Vzorek se nesmí vylévat do výlevky.**
16. Vychladlý kelímek se neumývá, ale očistí papírovým ubrouskem.
17. Před dalším stanovením se přístroj nechá minimálně 10 minut vychladnout a kelímek musí být vychlazen na teplotu nejméně o 56 °C nižší, než je očekávaný bod vzplanutí. Chlazení je možno urychlit pomocí stlačeného vzduchu.

Platnost výsledku

1. Výsledek není platný, když teplota, při které je vzplanutí pozorováno, není minimálně o 18 °C vyšší než první aplikace zkušebního plamene.
2. Správnost naměřené hodnoty musí být potvrzena opakovaným stanovením a naměřené hodnoty se nesmí lišit o více než 2 °C.