

DẦU MỎ VÀ SẢN PHẨM DẦU MỎ
Phương pháp xác định hàm lượng cốc
TCVN
3752 - 83

Нефть и нефтепродукты
метод определения
коксуемости

Petroleum and petro-
lium products. Method
for the determination
of cokecontent

Có hiệu lực
từ 1-1-1984

Hàm lượng cốc là hàm lượng chất còn lại sau quá trình xử lý nhiệt một lượng dầu mỏ hay sản phẩm dầu mỏ.

1. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP

Phương pháp được tiến hành dựa trên nguyên tắc: cho một lượng sản phẩm dầu mỏ bay dầu mỏ cần nghiên cứu vào chén thạch anh, sau đó đem đun nóng chén để đốt cháy sản phẩm, một phần sản phẩm nghiên cứu sẽ bay hơi phần còn lại chính là cặn cốc của sản phẩm.

2. DỤNG CỤ VẬT LIỆU VÀ THUỐC THỬ
2.1. Dụng cụ và vật liệu.

Bộ dụng cụ để xác định hàm lượng cốc (hình 1).

Chén sứ hoặc chén thạch anh có dung tích 30 ml (đường kính bề mặt 43mm, đường kính đáy 22mm, chiều cao 53mm)

Chén kim loại dung tích 65 ÷ 82ml (đường kính bề mặt 53 ÷ 57mm, đường kính phần giữa 60 ÷ 67mm, đường kính đáy 30 — 32mm và cao 37 ÷ 39mm).

Chén kim loại để đựng cát (đường kính ngoài của miệng chén 77 — 82mm và chiều cao 58 ÷ 60mm);

Bình hút ẩm;

Đèn khí hoặc đèn xăng;

Lò nung;

Kẹp niken;

Kiểm tam giác bằng sứ;

Tầm đệm amiăng dày 3 — 5 mm;

Cân phân tích;

Cát sạch đã được nung sơ bộ trong lò điện ở nhiệt độ 650°C trong 1 giờ.

2.2. Thuốc thử

Muối natri sunfat khan

3. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ THỬ

3.1. Mẫu thử dầu mỡ và sản phẩm dầu mỡ được lấy theo TCVN 2715 - 78.

3.2. Đối với mẫu thử dầu mỡ hay các sản phẩm dầu mỡ lỏng phải trộn kỹ mẫu bằng cách lắc bình liên tục trong 5 phút.

Đối với mẫu thử của các loại dầu nhờn, parafin hay mỡ đặc cho phép đun nóng ở $50 - 60^{\circ}\text{C}$ để trộn.

3.3. Nếu dầu mỡ hay sản phẩm dầu mỡ còn có nước, phải làm khan bằng cách lọc mẫu qua muối natrisunphat (Na_2SO_4) khan.

4. TIẾN HÀNH THỬ

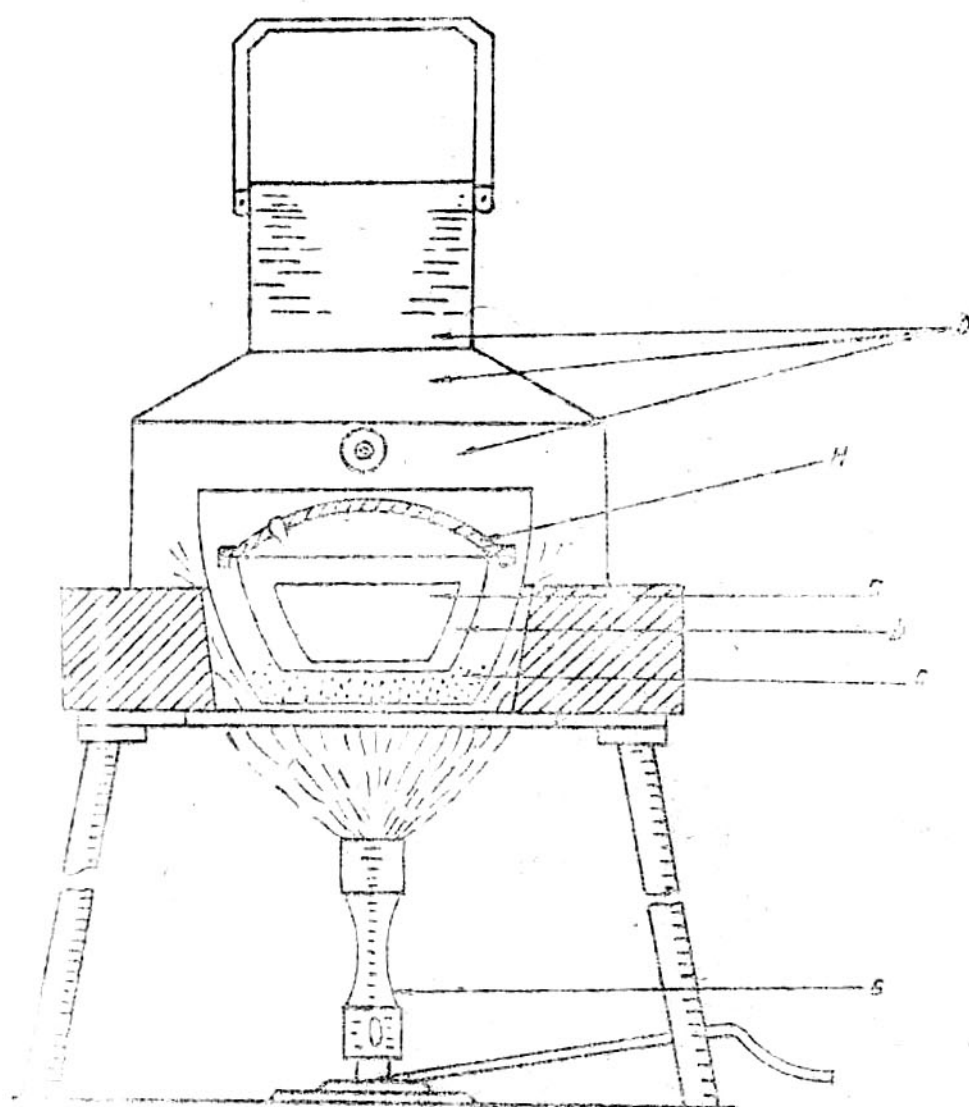
4.1. Đặt chén sứ hay chén thạch anh vào lò nung và đem nung nóng đến 650°C trong 2 giờ, sau đó lấy ra để nguội trên đệm amiăng khoảng 5 phút sau đó cho vào bình hút ẩm 20 phút rồi lấy ra đem cân với độ chính xác đến 0,0004 g.

Lặp lại quá trình nung, làm nguội trên đệm amiăng và trong bình hút ẩm rồi đem cân chén như đã nói ở trên cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân không lớn hơn 0,0005 g thì kết quả coi là ổn định.

4.2. Để tiến hành xác định độ cốc sử dụng bộ dụng cụ xác định hàm lượng cốc (hình 1).

4.3. Cân 2 — 3g mẫu thử đã loại nước và trộn đều vào chén sứ hay chén thạch anh đã xử lý trong mục 4.1. của tiêu chuẩn này với độ chính xác đến 0,02 g. Đặt chén thạch anh hay chén sứ (a) vào chén kim loại (b), đẩy nắp lại cho khít. Cho cát vào chén đựng cát (c) sao cho khi đặt chén (b) vào trong chén (c) mức cát chỉ dày ngang nắp của chén (b).

4.4. Đặt toàn bộ khối chén (a, b, c) trên đệm tam giác bằng sứ. Dây chụp để nhiệt độ phân phối đều khắp. Tất cả dụng cụ được đặt trong tủ hút với dòng không khí mạnh.



Hình 1

Bộ dụng cụ xác định hàm lượng cốc

D. Chụp bình trụ. H. Nắp dây chén giữa b. Chén giữa
a. Chén thạch anh c. Chén ngoài đựng cát G. Đèn khí hoặc đèn xăng

4.5. Đốt cháy đèn và điều chỉnh ngọn lửa đèn sao cho từ khi bắt đầu đốt đến khi hơi mẫu bốc lên trên chụp đèn là 10 ± 3 phút (Nếu thời gian này ngắn quá, sản phẩm cần thử sẽ bị sôi bọt và ngọn lửa tạo thành trên chụp quá cao, phép thử coi như không đạt).

Khi thấy xuất hiện hơi trên chụp hình trụ, di chuyển đèn đốt để ngọn lửa đốt nóng đều mọi phía của chén, đồng thời để có thể đốt cháy hơi trên chụp. Khi hơi đã bị đốt cháy, giảm cường độ của ngọn lửa để tốc độ thoát khí vừa phải, khống chế để ngọn lửa cao hơn chụp 5 cm. Để thời gian cháy của hơi từ 15-18 phút.

4.6. Tiếp tục đốt mạnh chén để chén nóng đỏ khoảng $8 \div 12$ phút rồi tắt đèn. Thời gian đốt phải phân bổ sao cho giới hạn ở khoảng 33 - 36 phút.

4.7. Ngừng đốt 3 phút, dùng kẹp tháo chụp và nắp chén ngoài. Để nguội 5 phút ngoài không khí rồi cho vào bình hút ẩm 20 phút. Sau đó đem cân chén với độ chính xác đến 0,0004 gam.

Đối với mẫu dầu mỡ hay sản phẩm dầu mỡ không chứa các chất thêm (phụ gia) cốc phải óng ánh hay có hình vảy.

5. XỬ LÝ KẾT QUẢ

5.1. Tính toán kết quả

Hàm lượng cốc của dầu mỡ hay sản phẩm dầu mỡ (X) được tính bằng phần trăm công thức:

$$X = \frac{G_1}{G} \cdot 100;$$

Trong đó:

G_1 - khối lượng cốc, tính bằng g.

G - khối lượng dầu mỡ hay sản phẩm dầu mỡ đem phân tích, tính bằng g.

5.2. Sai số cho phép

Hàm lượng cốc của dầu mỡ hay sản phẩm dầu mỡ là trung bình cộng của kết quả hai lần xác định song song.

Chênh lệch giữa hai lần xác định song song không vượt quá 10% so với kết quả nhỏ nhất và không được vượt quá các giá trị trong bảng sau đối với người làm thử nghiệm cùng một mẫu thử và trên cùng một dụng cụ.

Hàm lượng cặn (%)	Chênh lệch cho phép, %
Từ 0,2	0,03
Lên đến 0,2 đến 0,5	0,05
“ 0,5 “ 1,0	0,08
“ 1,0 “ 3,0	0,15
“ 3,0 “ 5,0	0,30
“ 5,0	0,60