



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN NHÀ NƯỚC

DẦU MỎ VÀ SẢN PHẨM DẦU MỎ

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PARAFIN KẾT TINH

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CỐC

TCVN 3751 – 83 + TCVN 3752 – 83

HA NỘI – 1983

Cơ quan biên soạn :

Viện Dầu khí Việt Nam
Tổng cục Dầu khí Việt Nam

Cơ quan đề nghị ban hành :

Tổng cục Dầu khí Việt Nam

Cơ quan trình duyệt :

Cục Tiêu chuẩn –
Đo lường – Chất lượng Nhà nước.
Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước

Cơ quan xét duyệt và ban hành :

Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước.

Quyết định ban hành số: 73/QĐ ngày 30 tháng 3 năm 1983.

DẦU MỎ VÀ SẢN PHẨM DẦU MỎ**Phương pháp xác định hàm lượng
parafin kết tinh****TCVN
3751-83**Нефть и нефтепродукты
Метод определения
содержания парафинаPetroleum and petro-
leum products.
Method for the dete-
rmination of paraffin
content**Có hiệu lực
từ 01-01-1984****1. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP**

Phương pháp tiến hành dựa trên nguyên tắc: Các loại nhựa và asfanten khỏi dầu mỏ hay sản phẩm dầu mỏ cần thử rồi dùng các cặp dung môi kết tinh khác nhau đồng thời với việc hạ nhiệt độ dần dần để làm đông tụ parafin.

2. DỤNG CỤ, VẬT LIỆU VÀ THUỐC THỬ**2.1. Dụng cụ, vật liệu**Nhiệt kế có khoảng nhiệt độ từ -30°C đến $+60^{\circ}\text{C}$;

Bình nón nút nhám, dung tích 500 ml;

Cốc thủy tinh, dung tích 150 ÷ 250 ml;

Mặt kính đồng hồ;

Phiếu lọc lạnh gắn bơm hút chân không;

Tủ sấy;

Bình hút ẩm;

Cân phân tích;

Bình làm lạnh;

Giấy lọc băng đỏ.

2.2. Thuốc thử

Axeton, tinh khiết phân tích;

Benzen, tinh khiết phân tích;

Silicagen, loại dùng cho sắc ký, cỡ hạt 0,2 ÷ 0,5 mm;

Ete dầu mỏ có khoảng sôi từ 30 – 60°C hay xăng nhẹ có khoảng sôi 60 – 80°C đã loại hydrocacbon thơm.

3. TIẾN HÀNH THỬ

3.1. Mẫu thử theo TCVN 2715 - 78.

3.2. Sấy silicagen cỡ hạt 0,2 - 0,5 mm tinh khiết ở nhiệt độ $180^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 6 giờ. Sau đó bảo quản trong bình hút ẩm.

Cân 5 - 6 g sản phẩm dầu mỡ cần thử (hay 2 g dầu mỡ cần thử). Cho mẫu thử vào bình nón dung tích 500 ml và dùng ête dầu mỏ có khoảng sôi 30 - 60°C hay xăng nhẹ có khoảng sôi 60 - 80°C đã loại hydro cacbon thơm để pha loãng mẫu theo tỷ 40 - 50 ml/1g mẫu. Sau đó cho silicagen đã chuẩn bị ở trên vào bình nón theo tỷ lệ 40 - 50 g/1g mẫu. (Đối với dầu thô có thể dùng tỷ lệ silicagen cao hơn).

Để yên bình nón khoảng 2 giờ, sau đó lọc gạn dung dịch đã hấp thụ trên phễu thủy tinh có giấy lọc bằng đũa, rửa silicagen bằng ête dầu mỏ nhiều lần (mỗi lần khoảng 20 - 25 phút) đến khi sạch hết dầu mỡ.

3.3. Cho mẫu thử đã được loại nhựa và asfanten vào bình cầu và tiến hành cất loại dung môi trên bếp cách thủy ở nhiệt độ nhỏ hơn 80°C. Sau đó, nâng nhiệt độ bếp lên đến 100°C và tinh luyện mẫu thử đã tách nhựa đến khối lượng không đổi (hai lần cân không chênh lệch quá 0,05g).

3.4. Cho mẫu đã được tinh luyện sau khi tách theo điều 3.3 vào cốc thủy tinh dung tích 150 - 250 ml (đã được rửa sạch và sấy khô). Thêm benzen vào theo tỷ lệ 8 ml/1g mẫu thử. Sau khi mẫu đã hòa tan hoàn toàn cho axeton vào cũng với tỷ lệ 8 ml/1g mẫu thử.

Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và ngâm vào bể làm lạnh khoảng 30 phút ở nhiệt độ -20°C . Đồng thời cũng đặt bình nón có chứa dung môi là hỗn hợp benzen - axeton tỷ lệ 1:1 vào bể làm lạnh ở -20°C .

3.5. Lọc dung dịch chứa mẫu thử bằng phễu lọc lạnh có bơm hút chân không. Sau đó rửa parafin nằm lại trên giấy lọc bằng hỗn hợp dung môi benzen - axeton tỷ lệ 1:1 đã được làm lạnh đến -20°C 3 - 4 lần (mỗi lần từ 6 - 8 ml) cho sạch hết dầu mỡ

3.6. Dùng benzen nóng hòa tan parafin và cất loại dung môi, rồi cô ở nhiệt độ 105°C. Sau 15 phút, cân đến khối lượng không đổi. Ghi khối lượng parafin thu được.

4. XỬ LÝ KẾT QUẢ

4.1. Tính toán kết quả

Hàm lượng parafin kết tinh ở - 20°C tính bằng phần trăm (P) theo công thức:

$$P = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$$

Trong đó:

m_2 — khối lượng parafin thu được, tính bằng g;

m_1 — khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

4.2. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ít nhất hai kết quả xác định song song khi chênh lệch không vượt quá 5 % so với kết quả nhỏ nhất.