

DẦU NHỜN		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng nhựa		3894 - 84
Масла смазочные Метод определения содержания смол	Mineral oils Method for the deter- mination of gum content	Có hiệu lực từ 1.1.1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nhựa trong dầu nhờn không có phụ gia.

1. NGUYÊN TẮC

Dùng silicagen để hấp phụ nhựa trong dung dịch mẫu với benzen, sau đó khử hấp phụ nhựa bằng axeton, cất loại axeton và cô nhựa đến khối lượng không đổi.

2. THIẾT BỊ VÀ HÓA CHẤT

Cột hấp phụ bằng thủy tinh dài 600 — 620mm có đường kính trong 10 — 12 mm, cổ khóa vặn ở phía dưới cột. Cho phép dùng buret có kích thước tương ứng;

Ống đong hình trụ dung tích 100ml;

Sinh hàn thẳng thủy tinh;

Bát sứ;

Bình chống ẩm;

Tủ sấy có điều chỉnh nhiệt độ;

Khúc xạ kế;

Silicagen hoạt tính dùng cho sắc ký cột với kích thước hạt 0,2 — 0,5 mm hoặc loại tương đương;

Benzen, tinh khiết phân tích;

Axeton, tinh khiết phân tích;

Bông thủy tinh hoặc bông y tế, sạch, thấm nước.

3. CHUẨN BỊ THỬ

3.1. Chuẩn bị silicagen: đổ đầy silicagen sạch vào bát sứ, sấy ở 150 - 170°C trong tủ sấy khoảng 15 giờ, sau đó để nguội, cho vào bình chống ẩm dùng dần.

3.2. Sấy khô cốc cân mẫu hoặc bình nón ở $105 \pm 5^\circ\text{C}$ trong khoảng 1 giờ cho vào bình chống ẩm, sau 30 phút cân cốc, sấy và cân đến khối lượng không đổi.

Sai số hai lần cân không vượt quá 0,0004g.

4. TIẾN HÀNH THỬ

4.1. Thận trọng trộn đều mẫu dầu thí nghiệm trong 5 phút.

4.2. Cân vào cốc cân hoặc bình nón lượng mẫu 2 - 3g với sai số không quá 0,001g.

4.3. Đặt một miếng bông sạch vào phần cuối cùng của cột hấp phụ để tránh các hạt silicagen rơi vào mẫu. Sau đó nạp từ từ silicagen như đã chuẩn bị ở điều 3.1. vào cột, để cột thẳng đứng và dùng dũa cao su gõ nhẹ vào cột cho silicagen dồn chặt vào nhau đến khi mức silicagen không đổi là được. Tầm ướt silicagen bằng 50ml benzen, mở khóa cho dung môi chảy qua với tốc độ 2ml/phút.

4.4. Đổ từ từ từng lượng nhỏ mẫu đã được hòa tan trước bằng 3 - 5ml benzen vào cột đã nạp silicagen. Tráng bằng 20ml benzen và đổ dần dung dịch rửa vào cột. Tiếp tục rửa mẫu trên cột bằng benzen. Thỉnh thoảng kiểm tra chiết suất của dung môi rửa chảy qua cột hấp phụ. Khi chiết suất của dung môi chảy qua bằng chiết suất dung môi tinh khiết thì ngừng rửa mẫu.

4.5. Để khử hấp phụ nhựa, rửa cột bằng axeton tinh khiết. Khi đó nhựa bị hấp phụ trên silicagen được đẩy ra cùng axeton. Sau đó, tiến hành rửa cột như đã ghi ở điều 4.4 cho đến khi chiết suất của dung môi chảy qua cột bằng chiết suất của dung môi ban đầu là được.

4.6. Dung dịch nhựa axeton được đem cất để loại dung môi trên bếp cách thủy cho đến khi còn lại khoảng 3-4ml dung môi

thì chuyển vào cốc cân, sấy ở $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ. Sau đó cho cốc vào bình chống ẩm, để nguội 30 phút rồi đem cân. Tiếp tục sấy, cân đến khi chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0,0004g là được.

5. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng nhựa (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100,$$

trong đó:

- m - khối lượng mẫu, tính bằng g;
- m_1 - khối lượng cốc, tính bằng g;
- m_2 - khối lượng cốc và nhựa, tính bằng g.

6. SAI SỐ CHO PHÉP

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng kết quả của hai lần xác định song song. Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song không được vượt quá các giá trị ghi trong bảng.

%	
Hàm lượng nhựa	Chênh lệch cho phép so với giá trị nhỏ nhất
Đến 1,0	± 10
Lớn hơn 1	± 5