

**TCVN 6778 : 2000  
ASTM D 525 - 95**

**XĂNG – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ ỔN ĐỊNH  
ÔXY HOÁ (PHƯƠNG PHÁP CHU KỲ CẢM ỨNG)**

*Gasoline – Test method for oxidation stability (induction period method)*

**HÀ NỘI - 2000**

## Lời nói đầu

**TCVN 6778 : 2000** tương đương với ASTM D 525 - 95 Standard Test Method for Oxidation Stability of Gasoline (Induction Period Method).

**TCVN 6778 : 2000** do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC28/SC2 "Nhiên liệu lỏng - Phương pháp thử" biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Bộ khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

## Xăng – Phương pháp xác định độ ổn định ôxy hoá (phương pháp chu kỳ cảm ứng)

*Gasoline – Test method for oxidation stability (induction period method)*

### 1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ ổn định ôxy hoá của xăng thành phẩm trong điều kiện ôxy hoá nhanh.

Chú thích 1 - Chú ý - Tiêu chuẩn này không nhằm mục đích xác định độ ổn định ôxy hoá các cấu tử của xăng, đặc biệt là các hợp chất chưa bão hoà có điểm sôi thấp mà lại chiếm phần trăm cao, vì các hỗn hợp này có thể gây nên các điều kiện nổ trong thiết bị. Tuy nhiên, do chưa biết bản chất của mẫu thử nên bơm thử phải được lắp một đĩa bật an toàn để bảo vệ cho nhân viên vận hành.

Chú thích 2 - Để xác định độ ổn định ôxy hoá của xăng theo phương pháp tạo nhựa áp dụng ASTM D 873 hoặc IP 138.

1.2 Đơn vị áp suất tính theo hệ SI là kilo Pascal (kPa), các giá trị tính theo psi ghi trong ngoặc đơn dùng để tham khảo.

1.3 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các qui tắc an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các qui định thích hợp về an toàn và bảo vệ sức khoẻ, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn qui định trước khi sử dụng. Những qui định cụ thể về nguy hiểm xem chú thích 2 và chú thích 5 đến 14.

### 2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6777 : 2000 (ASTM D 4057) Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công.

ASTM D 873 Phương pháp xác định độ ổn định ôxy hoá của nhiên liệu hàng không (phương pháp tạo cặn).

ASTM E 1 Nhiệt kế ASTM – Yêu cầu kỹ thuật.

IP 138 Phương pháp xác định độ ổn định ôxy hoá của xăng hàng không.

### 3 Thuật ngữ

3.1 Giải thích các thuật ngữ dùng trong tiêu chuẩn này

3.1.1 *Điểm gãy* – điểm nằm trên đường cong đồ thị thời gian - áp suất mà trước đó trong vòng 15 phút độ sụt áp đúng bằng 14 kPa (2 psi) và sau đó trong vòng 15 phút độ sụt áp không nhỏ hơn 14 kPa (2 psi).

3.1.2 *Chu kỳ cảm ứng* – thời gian từ khi đặt bom vào bể cho đến khi đạt điểm gãy tại 100 °C (212 °F).

### 4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Mẫu được oxy hoá trong bom đã nạp đầy oxy ngay từ đầu ở nhiệt độ từ 15 đến 25 °C, áp suất 690 kPa (100 psi) và được gia nhiệt từ 98 đến 102 °C. Đọc và ghi lại áp suất sau từng khoảng thời gian định trước cho tới khi đạt tới điểm gãy. Thời gian cần để mẫu đạt tới điểm gãy chính là chu kỳ cảm ứng đã quan sát tại nhiệt độ thử, từ thời gian đó tính chu kỳ cảm ứng tại 100 °C.

Chú thích 3 – **Chú ý** – để phòng trường hợp bom có thể bị vỡ, nó, nên dùng lá chắn khi vận hành bom thử.

### 5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Có thể sử dụng chu kỳ cảm ứng như một chỉ dẫn về xu hướng tạo nhựa của xăng khi tồn chứa. Tuy nhiên các loại xăng khác nhau được tồn chứa trong các điều kiện khác nhau sẽ rất khác nhau về mức độ tạo nhựa.

### 6 Thiết bị và dụng cụ

6.1 *Bom oxy hoá, nắp và bình chứa mẫu bằng thuỷ tinh, các phụ tùng, đồng hồ đo áp suất và bể oxy hoá*, được mô tả trong phụ lục A.1.

6.2 *Nhiệt kế*, có dải nhiệt độ theo qui định dưới đây và phù hợp với tiêu chuẩn yêu cầu kỹ thuật E1 hoặc IP.

Dải nhiệt độ	ASTM	Số hiệu nhiệt kế	IP
95 đến 103 °C	22C		24C
204 đến 218 °F	22F		24F

## 7 Hoá chất và vật liệu

7.1 Dung môi hoà tan nhựa – Hỗn hợp toluen và axeton theo tỷ lệ thể tích 1 : 1. Toluen và axeton có độ tinh khiết tối thiểu là 99 %.

7.2 Ôxy - Ôxy thương mại, khô, có độ tinh khiết không thấp hơn 99,6 %.

## 8 Lấy mẫu

8.1 Mẫu được lấy theo điều 11.4 của TCVN 6777 : 2000 (ASTM D 4057).

## 9 Chuẩn bị thiết bị

9.1 Rửa bình thủy tinh chứa mẫu bằng dung môi hoà tan nhựa cho đến khi sạch nhựa. Dùng nước tráng kỹ bình này, sau đó ngâm cả bình và nắp vào dung dịch tẩy rửa. Phải xác định loại chất tẩy rửa và điều kiện sử dụng cho từng phòng thử nghiệm. Đối với nắp và bình chứa mẫu, tiêu chuẩn của việc làm sạch là phải tương đương với độ sạch khi rửa bằng axit cromic (dung dịch axit cromic mới, chu kỳ ngâm 6 giờ, tráng bằng nước cất và làm khô). Để so sánh, quan sát bên ngoài và cân lượng mất khi gia nhiệt dung cụ thủy tinh dưới các điều kiện sử dụng. Làm sạch bằng chất tẩy rửa sẽ tránh các nguy hiểm tiềm ẩn và các bất tiện khi tiếp xúc với dung dịch axit cromic ăn mòn; qui trình này dùng để đối chứng và là một phương pháp thay thế cho phương pháp ưa dùng là làm sạch bằng dung dịch tẩy rửa.

9.2 Dùng kim bằng thép không gỉ để lấy bình chứa và nắp ra khỏi dung dịch rửa, từ đây về sau chỉ dùng loại kim này để kẹp. Rửa kỹ bình chứa mẫu, đầu tiên bằng nước ở vòi, sau đó bằng nước cất và sấy ít nhất 1 giờ trong tủ sấy có nhiệt độ từ 100 đến 150 °C.

9.3 Đổ hết xăng ra khỏi bom, lau sạch nắp và bên trong bom; đầu tiên lau bằng khăn ẩm thấm dung môi hoà tan nhựa, sau đó lau bằng khăn khô. Tháo ống nạp ra khỏi thân bom và dùng dung môi hoà tan nhựa lau thật sạch nhựa hoặc xăng bám ở thân bom, ống nạp và van kim. Sau đó làm thật khô cả bom, van và tất cả các đường ống nối trước khi tiến hành phép thử.

Chú thích 4 – Chú ý – Chất peroxit dễ bay hơi tích tụ lại trong thiết bị từ phép thử trước có thể gây nổ.

## 10 Cách tiến hành

10.1 Để bom và mẫu xăng thử ở nhiệt độ từ 15 đến 25 °C. Đặt bình chứa mẫu bằng thủy tinh trong bom và rót  $50 \pm 1$  ml mẫu vào. Đậy nắp bình chứa mẫu, đậy nắp bom, dùng khớp nối xả khí nhanh để nạp ôxy vào bom cho đến khi áp suất đạt từ 690 đến 705 kPa (100 đến 102 psi). Xả từ từ khí ga ở trong bom ra để đuổi không khí ban đầu còn trong đó (giảm áp suất với tốc độ chậm đều, không qua

**TCVN 6776 : 2000**

350 kPa (50 psi)/phút qua van kim). Nạp lại oxy cho đến khi áp suất đạt từ 690 đến 705 kPa (100 đến 102 psi) và kiểm tra sự rò rỉ, bỏ qua sự sụt áp nhanh ban đầu (thông thường không quá 41 kPa (6 psi)), điều này có thể quan sát được vì oxy hòa tan vào mẫu. Nếu tốc độ sụt áp không quá 7 kPa (1 psi) trong 10 phút thì coi như không rò rỉ và tiến hành thử mà không cần nạp lại áp suất.

10.2 Đặt bom vào bể nước đang sôi mạnh, cẩn thận tránh bị lặc, và ghi lại thời gian lúc những bom làm thời điểm bắt đầu phép thử. Duy trì nhiệt độ của bể nước từ 98 đến 102 °C, sau mỗi khoảng thời gian nhất định quan sát và ghi lại nhiệt độ chính xác đến 0,1 °C và ghi lại giá trị trung bình chính xác đến 0,1 °C, đó là nhiệt độ của phép thử. Ghi liên tục áp suất trong bom hoặc nếu dùng đồng hồ đo áp thì cứ sau 15 phút hoặc ít hơn ghi số đọc áp suất một lần. Nếu sau 30 phút đầu của phép thử phát hiện thấy rò rỉ (sụt áp qua 14 kPa (2 psi) trong vòng 15 phút) thì huỷ phép thử đó. Tiếp tục phép thử cho đến khi độ sụt áp đúng bằng 14 kPa (2 psi) trong 15 phút và ngay sau đó độ sụt áp không nhỏ hơn 14 kPa (2 psi) trong 15 phút.

Chú thích 5 - Chú ý - Nếu thực hiện phép thử trong vùng có áp suất khí quyển thấp hơn mức thông thường (101,3 kPa (760 mmHg)), thì có thể cho thêm chất lỏng có điểm sôi cao hơn vào nước, ví dụ như etylen glycol để duy trì nhiệt độ của bể trong khoảng 100 °C.

10.3 Ghi lại số phút từ khi đặt bom vào bể cho đến khi đạt tới điểm gãy và đó là chu kỳ cảm ứng quan sát được tại nhiệt độ của phép thử.

10.4 Để nguội bom bằng cách nhúng trong nước lạnh. Lấy bom ra khỏi nước khi đã nguội và hạ áp từ từ với tốc độ không quá 350 kPa/phút qua van kim. Rửa bom và bình chứa mẫu để chuẩn bị cho phép thử sau.

**11 Tính kết quả**

11.1 Thời gian từ khi đặt bom vào bể cho đến khi đạt tới điểm gãy là chu kỳ cảm ứng quan sát được tại nhiệt độ của phép thử, tính bằng phút.

11.2 Cách tính - Tính chu kỳ cảm ứng ở 100 °C theo một trong các công thức sau:

a) khi nhiệt độ thử lớn hơn 100 °C:

$$\text{Chu kỳ cảm ứng ở } 100 \text{ }^\circ\text{C, phút} = (IP_t) [1 + 0,101(t_t - 100)] \dots(1)$$

b) khi nhiệt độ thử nhỏ hơn 100 °C:

$$\text{Chu kỳ cảm ứng ở } 100 \text{ }^\circ\text{C, phút} = (IP_t) / [1 + 0,101(100 - t_t)] \dots(2)$$

trong đó

IP là chu kỳ cảm ứng tại nhiệt độ của phép thử, phút,

t<sub>t</sub> là nhiệt độ thử khi lớn hơn 100 °C, °C, và

t<sub>o</sub> là nhiệt độ thử khi nhỏ hơn 100 °C, °C

## 12 Báo cáo kết quả

12.1 Báo cáo kết quả chu kỳ cảm ứng ở 100 °C đã tính theo điều 11.2, chính xác đến 1 phút.

## 13 Độ chính xác và sai lệch

13.1 Độ chính xác của phương pháp thử được xác định theo phương pháp thống kê các kết quả thử liên phòng, như sau:

13.1.1 *Độ lặp lại* – là sự khác nhau giữa hai kết quả thử nhận được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, dưới các điều kiện thử không đổi, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt: 5 %.

13.1.2 *Độ tái lập* – là sự khác nhau giữa hai kết quả thử độc lập, nhận được do hai thí nghiệm viên khác nhau thực hiện trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong 20 trường hợp được vượt: 10 %.

13.2 *Độ sai lệch* – Hiện nay chưa có các nguyên tắc để xác định độ sai lệch cho phương pháp này, nên không công bố về độ sai lệch.

Chú thích 6 – Các giá trị về độ chính xác của chu kỳ cảm ứng đã nêu thu được khi dùng bể nước sôi như một nguồn nhiệt. Vì vậy các giá trị về độ chính xác này không nhất thiết dùng cho các kết quả của chu kỳ cảm ứng khi dùng nguồn nhiệt khác.

## Phụ lục A

(Quy định)

### A.1 Thiết bị

#### A.1.1 Thiết bị

A.1.1.1 *Bom* – Bom được chế tạo bằng thép không gỉ, các kích thước bên trong của phần chứa hỗn hợp phản ứng xăng - ôxy phù hợp với kích thước trên hình A.1.1.

A.1.1.1.1 Mặt trong của bom và nắp nhấn bóng để dễ làm sạch và chống gỉ.

A.1.1.1.2 Các chi tiết khác, như phương pháp đóng, vật liệu gioăng đệm (đa giác hoặc tròn), và các kích thước ngoài lấy theo các giới hạn qui định ở điều A.1.1.1.3 và A.1.1.1.4.

Chú thích A.1.1 – Phải tiến hành kiểm tra thử nghiệm lần đầu và định kỳ bom để bảo đảm độ kín khi sử dụng.

A.1.1.1.3 Bom được chế tạo để chịu được áp suất làm việc tới 124 kPa ở 100 °C, có độ bền tối thiểu bằng độ bền của bom tương tự được chế tạo từ 18 % (khối lượng) crom, 8 % (khối lượng) thép hợp kim - niken. Vật liệu hợp lý là loại thép hợp kim phù hợp với yêu cầu kỹ thuật nêu trong phụ lục A.2.

A.1.1.1.4 Nắp bom phải đảm bảo kín không rò rỉ, khi nạp ôxy vào bom đến áp suất 690 kPa ở nhiệt độ từ 15 đến 25 °C và nhấn chìm vào bể ở 100 °C. Vành nắp nên chế tạo bằng thép hợp kim khác loại với thân bom để khi vặn nắp chặt ren khít vào nhau.

A.1.1.2 *Gioăng đệm* – Dùng loại vật liệu làm đệm phù hợp với điều kiện thử nêu ở điều A.1.1.2.1.

A.1.1.2.1 Đạt loại gioăng thử lên bom không có xăng và vẩn nắp chất. Nạp ôxy vào bom đến áp suất 690 kPa và nhấn chìm trong bể có nhiệt độ khoảng 100 °C. Nếu áp suất sụt không lớn hơn 14 kPa so với áp suất lớn nhất trong vòng 24 giờ, với điều kiện nhiệt độ bể ổn định  $\pm 1,0$  °C thì gioăng đó được coi là phù hợp.

A.1.1.3 *Nắp và bình chứa mẫu bằng thủy tinh*, có kích thước phù hợp với hình A.1.2. Nắp phải giữ cho dòng hồi lưu của nhiên liệu chảy trở lại bom khi rót mẫu vào nhưng không ngăn lượng dư ôxy lưu chuyển tự do vào mẫu.

A.1.1.4 *Thân bom* – Thân bom và ống nạp được chế tạo bằng vật liệu giống vật liệu của nắp, kích thước phù hợp với hình A.1.1.



A.1.1.4 .1 Ống nạp và mặt trong của thân bom nhân bóng để dễ làm sạch và chống gỉ. Thân bom được lắp theo sơ đồ hình A.1.1, có một tấm kim loại tròn đường kính bằng 89 mm để làm nắp bể khi đã đặt bom trong đó.

A.1.1.5 Lắp đĩa bột – Thân bom được lắp đĩa bột bằng thép không gỉ đĩa này sẽ nứt vỡ nếu chịu áp suất lớn hơn  $1530 \text{ kPa} \pm 10 \%$ . Người vận hành sẽ được an toàn đối với bất kỳ loại khí nào thoát ra.

A.1.1.6 Mối nối – Để nối đồng hồ đo áp và van kim gắn chặt vào thân bom như trên hình A.1.1, cần có một khớp nối xả khí nhanh gắn với van kim để nạp ôxy vào bom dễ dàng.

A.1.1.7 Van kim – Van điều khiển thích hợp để đóng kín hoàn toàn nhưng gắn vừa với van kim và lỗ phun.

Chú thích A.1.2 – Van kim được dùng khi xả hơi, nén và nạp ôxy.

A.1.1.8 Đồng hồ đo áp suất – Là đồng hồ hiển thị hoặc ghi số đọc đến ít nhất  $1380 \text{ kPa}$ . Sử dụng thiết bị truyền áp và đọc số với điều kiện là độ chính xác của phép đo không bị ảnh hưởng.

A.1.1.8.1 Mỗi khoảng  $345 \text{ kPa}$  trong thang đo giữa  $690$  và  $1380 \text{ kPa}$  phải có độ dài ít nhất là  $25 \text{ mm}$  nếu đo dọc theo vòng cung thang đo. Các vạch chia cách nhau nhiều nhất là  $35 \text{ kPa}$ . Độ chính xác trên toàn thang đo là nhỏ hơn hoặc bằng  $1 \%$ . Có thể dùng các loại đồng hồ đo loại thể tích tương đương.

A.1.1.8.2 Đồng hồ đo áp suất được nối trực tiếp với bom bằng một ống kim loại dẻo hoặc bằng ống nhựa bền khí ga, bọc kim loại, có khả năng chịu áp suất trong các điều kiện đã nêu ở trên. Tổng thể tích của ống dẻo, các mối nối, thân bom và ống nạp đã lắp không được vượt quá  $30 \text{ ml}$ .

Chú thích A.1.3 – Chú ý – Khi đặt mua thiết bị thử theo phương pháp này phải yêu cầu nhà chế tạo bảo đảm đồng hồ đo áp suất và van kim loại sử dụng phù hợp với ôxy.

A.1.1.9 Bể ôxy hoá – Bể nước có dung tích không nhỏ hơn  $18 \text{ lít}$  cho một bom cộng thêm  $8 \text{ lít}$  cho mỗi bom bổ sung khi lắp phức hợp, bể phải có kích thước sao cho độ sâu của chất lỏng trong bể không nhỏ hơn  $290 \text{ mm}$ .

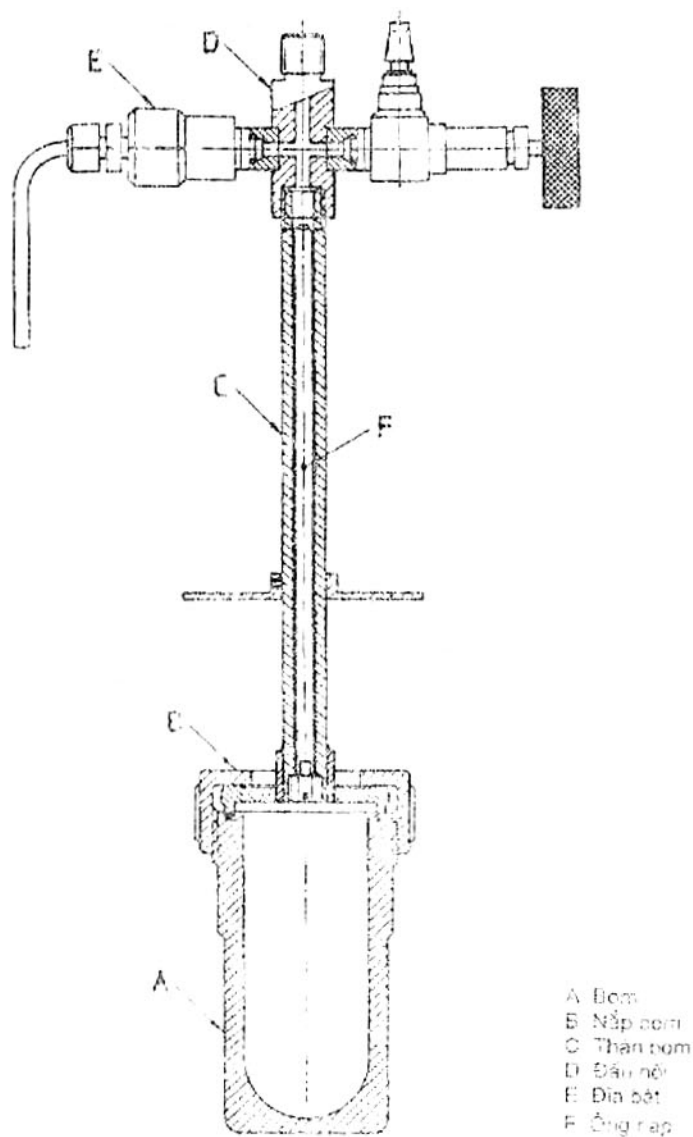
A.1.1.9.1 Trên nắp bể phải có các lỗ có đường kính thích hợp để đặt bom vào và để đóng khít nắp với thân bom, có lỗ để cắm nhiệt kế vào, nhiệt kế được gắn ở vị trí sao cho vạch  $97 \text{ }^\circ\text{C}$  của nhiệt kế nằm phía trên của nắp bể.

A.1.1.9.2 Khi bom ở trong bể, đỉnh của nắp bom phải ngập dưới bề mặt chất lỏng ít nhất là  $50 \text{ mm}$ .

A.1.1.9.3 Bể phải có các nắp phụ để đẩy các lỗ khi không đặt bom vào bể. Bể phải được trang bị một cột ngưng và nguồn nhiệt để duy trì chất lỏng sôi mạnh trong bể.

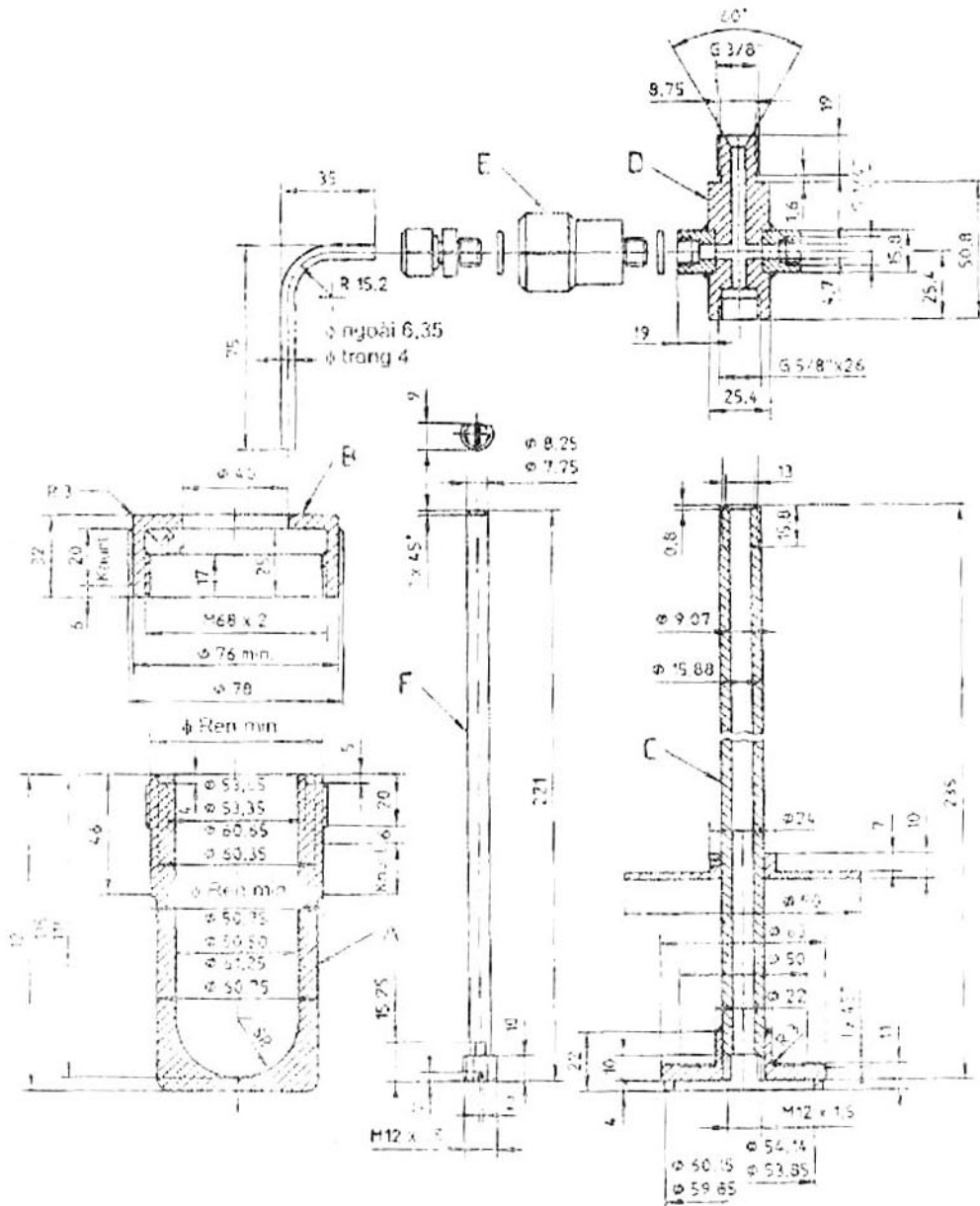
Chú thích A.1.4 - Thường sử dụng các khối gia nhiệt bằng điện. Các khối này có thể có các đặc tính truyền nhiệt, tốc độ gia nhiệt, nhiệt dung khác với các đặc tính của bể nước. Chỉ dùng khối gia nhiệt bằng điện này thay cho bể nước cho đến khi tốc độ gia nhiệt và nhiệt độ của mẫu là tương đương với nhiệt độ và tốc độ gia nhiệt của bể nước.

A.1.1.10 Nhiệt kế, có dải nhiệt độ từ 95 đến 103 °C, phù hợp với các yêu cầu nêu trong phụ lục A.3.



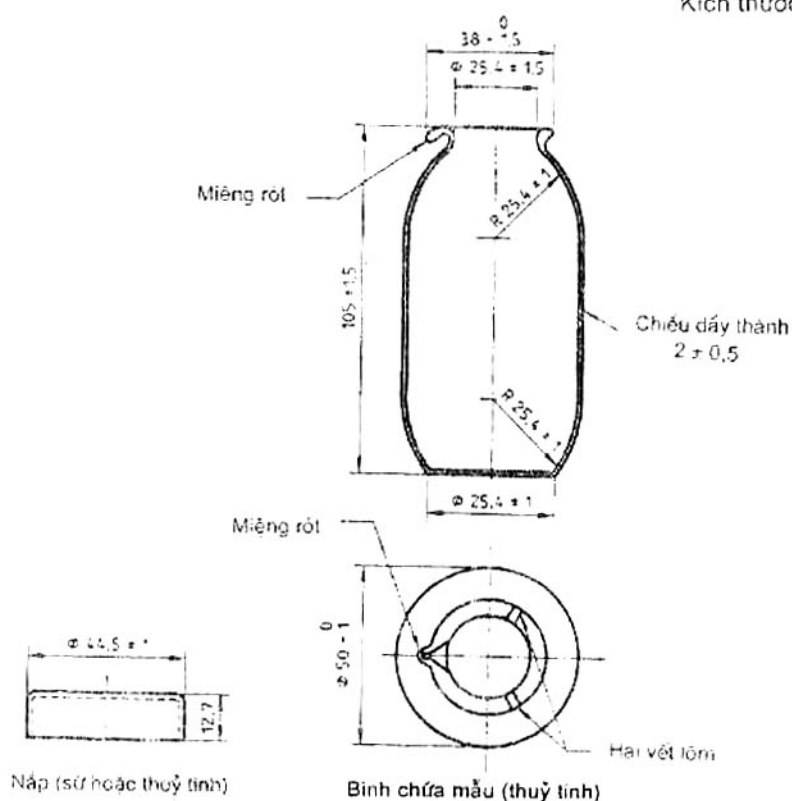
Hình A.1.1 - Sơ đồ bom thử độ ổn định oxy hoá của xăng

Kích thước tính bằng milimét  
Sai lệch  $\pm 0,25$  mm  
(nếu không qui định khác)



Hình A.1.1 - Sơ đồ bơm thứ độ ổn định oxy hoá của xăng (kết thúc)

Kích thước tính bằng milimét



Chú thích - Một trong các vết hình chữ V phải đủ lõm để rót được.

Hình A.1.2 - Bình thủy tinh chứa mẫu và nắp (thủy tinh hoặc sứ)

## A.2 Yêu cầu đối với thép hợp kim niken, crom

A.2.1 Loại thép chịu ăn mòn để chế tạo bom oxy hoá có độ bền tới hạn bằng độ bền của bom được chế tạo từ thép, phải phù hợp các yêu cầu nêu trong bảng A.2.1.

Bảng - A.2.1

Nguyên tố	Yêu cầu về thành phần
Carbon, % (m/m), max	0,08
Mangan, % (m/m), max	2,00
Phospho, % (m/m), max	0,045
Lưu huỳnh, % (m/m), max	0,030
Silic, % (m/m), max	1,00
Crom, % (m/m)	18,00 đến 20,00
Niken, % (m/m)	8,00 đến 10,50
Nitơ, % (m/m), max	0,10

### A.3 Yêu cầu đối với nhiệt kế

A.3.1 Nhiệt kế (điều 5.10) phải phù hợp với các qui định nêu ở bảng A.3.1. Nhiệt kế

ASTM 22 C/IP 24C phù hợp các yêu cầu này.

**Bảng A.3.1 - Các yêu cầu đối với nhiệt kế thử độ ổn định oxy hoá**

Chỉ tiêu	Mức
Dải đo	95 đến 103 °C
Để thử tại	100 °C
Ngập	Toàn phần
Thang chia:	
các vạch chia ngắn	0,1 °C
các vạch dài	0,5 °C
các số	1 °C
Sai lệch thang đo	0,1 °C max
Khoang mở rộng:	
Cho phép gia nhiệt đến	155 °C
Tổng chiều dài	270 đến 280 mm
Đường kính ngoài của thân	6,0 đến 8,0 mm
Chiều dài bầu	25 đến 35 mm
Đường kính ngoài của bầu	<5,0 mm và > đường kính thân
Vị trí của thang đo	
Khoảng cách từ đáy bầu	
Thuỷ ngân đến vạch chia	95°C
Khoảng cách	135 đến 150 mm
Chiều dài của phần chứa vạch	70 đến 100 mm
Khoang thu nhỏ	
Khoảng cách đến đỉnh	60 mm max
Phần thân kéo dài:	mm
Đường kính ngoài	8,0 đến 10,0 mm
Chiều dài	4,0 đến 7,0 mm
Khoảng cách đến đáy	112 đến 116 mm