

TCVN 11051:2015

ASTM D 7462-11

Xuất bản lần 1

**NHIÊN LIỆU ĐIÊZEN SINH HỌC (B100) VÀ HỖN HỢP CỦA
NHIÊN LIỆU ĐIÊZEN SINH HỌC VỚI NHIÊN LIỆU DẦU MỎ
PHẦN CẮT TRUNG BÌNH - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ
ỔN ĐỊNH OXY HÓA (PHƯƠNG PHÁP TĂNG TỐC)**

*Standard Test Method for Oxidation Stability of Biodiesel (B100) and Blends of Biodiesel with
Middle Distillate Petroleum Fuel (Accelerated Method)*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11051:2015 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 7462-11 *Standard Test Method for oxidation stability of biodiesel (B100) and blends of biodiesel with middle distillate petroleum fuel (Accelerated method)* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 7462-11 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 11051:2015 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC28/SC5 *Nhiên liệu sinh học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Nhiên liệu diesel sinh học (B100) và hỗn hợp của nhiên liệu diesel sinh học với nhiên liệu dầu mỏ phần cất trung bình - Phương pháp xác định độ ổn định oxy hóa (Phương pháp tăng tốc)

Standard test method for oxidation stability of biodiesel (B100) and blends of biodiesel with middle distillate petroleum fuel (Accelerated method)

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ ổn định oxy hóa của nhiên liệu diesel sinh học gốc (B100) được quy định trong TCVN 7717 và hỗn hợp của nhiên liệu diesel sinh học với nhiên liệu dầu mỏ phần cất trung bình, bao gồm các hỗn hợp từ B6 đến B20 được quy định trong ASTM D 7467 trong các điều kiện oxy hóa xác định ở 95 °C. Đặc biệt, độ ổn định oxy hóa được đánh giá bởi sự tạo thành và xác định các chất phân hủy không tan.

CHÚ THÍCH 1: Nhiên liệu diesel sinh học B100, bao gồm alkyl este, có thể hòa tan tốt một số sản phẩm phân hủy sinh ra do oxy hóa. Do đó, một số mẫu B100 có thể bị phân hủy đáng kể nhưng chỉ thấy rất ít hoặc không thấy cặn tạo thành. Ngược lại, nhiều nhiên liệu diesel dầu mỏ có tính hoà tan kém đối với sản phẩm phân hủy sinh ra do oxy hóa, bởi vậy hỗn hợp nhiên liệu pha trộn BXX, như B20, tạo ra mức cặn cao hơn. Tham khảo Phụ lục A về quy trình pha loãng paraffin được đề xuất để đánh giá mức phân hủy oxy hóa của B100 qua các chất phân hủy có tính tan trong B100 nhưng không tan trong Isooctan.

CHÚ THÍCH 2: Dầu diesel loại No.1 và No.2 quy định trong ASTM D 396 hoặc ASTM D 975 hiện nay cho phép pha đến 5 % diesel sinh học đạt tiêu chuẩn ASTM D 6751. Phương pháp này được ưu tiên sử dụng để thử nghiệm các nhiên liệu có chứa hỗn hợp pha trộn diesel sinh học gốc so với phương pháp quy định trong TCVN 8146 (ASTM D 2274) do sự không tương thích của hỗn hợp nhiên liệu diesel sinh học gốc với màng lọc được quy định trong TCVN 8146 (ASTM D 2274).

1.2 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn, không sử dụng hệ đo khác trong tiêu chuẩn này.

1.3 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có)

TCVN 2117 (ASTM D 1193) *Nước thuốc thử – Yêu cầu kỹ thuật.*

TCVN 6593 (ASTM D 381) *Nhiên liệu lỏng – Phương pháp xác định hàm lượng nhựa thực tế – Phương pháp bay hơi.*

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

TCVN 8146 (ASTM D 2274) *Nhiên liệu chưng cất – Phương pháp xác định độ ổn định oxy hóa (Phương pháp tăng tốc).*

ASTM D 396 *Specification for fuel oils [Dầu nhiên liệu (FO) – Yêu cầu kỹ thuật].*

ASTM D 943 *Test method for oxidation characteristics of inhibited mineral oils (Phương pháp thử đặc tính oxy hóa của dầu khoáng có chất ức chế).*

ASTM D 975 *Specification for diesel fuel oils (Nhiên liệu diesel – Yêu cầu kỹ thuật).*

ASTM D 4177 *Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu tự động).*

ASTM D 4625 *Test method for middle distillate fuel storage stability at 43 °C (110 °F) [Phương pháp xác định độ ổn định ở 43 °C (110 °F) khi tồn trữ đối với nhiên liệu phân cắt trung bình)].*

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Định nghĩa

3.1.1

Chất không tan kết dính (thường gọi là nhựa dính) (Adherent insolubles)

Các chất sinh ra do nhiên liệu chưng cất bị tác động trong điều kiện của phép thử này và bám chặt vào dụng cụ thủy tinh sau khi nhiên liệu đó được loại ra khỏi hệ thống.

3.1.2

Chất không tan có thể lọc được (Filterable insolubles)

Các chất sinh ra do nhiên liệu chưng cất bị tác động trong điều kiện phép thử này và có thể loại ra khỏi nhiên liệu bằng các cách lọc. Các chất này bao gồm cả các chất lơ lửng trong nhiên liệu và các chất dễ lấy ra từ bình oxy hóa và ống cấp oxy bằng dung môi hydrocacbon.

3.1.3

Tổng các chất không tan (Total insolubles)

Tổng các chất không tan kết dính và các chất không tan có thể lọc được.

3.2 Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.2.1

Thời điểm zero (Zero time)

Thời điểm đầu tiên đặt các bình oxy hóa vào bể gia nhiệt.

3.2.1.1 Giải thích – Đó là thời điểm bắt đầu tính của 16 h phản ứng trong bể gia nhiệt.

4 Tóm tắt phương pháp

4.1 Một mẫu đã lọc có thể tích 350 mL được làm già hóa tại 95 °C trong 16 h bằng cách sục oxy qua mẫu với tốc độ 3 L/h. Sau khi già hóa, trước khi lọc, mẫu được làm nguội đến nhiệt độ xấp xỉ nhiệt độ phòng để thu được toàn lượng các chất không tan có thể lọc được. Dùng dung môi hydrocarbon rửa sạch bên trong bình oxy hóa để tách loại tất cả chất không tan có thể lọc được và chất lỏng có thể bị loại bỏ bởi dung môi. Phần nước rửa cũng được lọc và được gộp vào là các chất không tan có thể lọc được.

4.2 Các chất không tan kết dính được lấy ra khỏi bình oxy hóa và dụng cụ thủy tinh liên kết với bình bằng hỗn hợp ba dung môi. Cho hỗn hợp ba dung môi bay hơi để thu được lượng chất không tan kết dính.

4.3 Tổng các chất không tan kết dính và các chất không tan có thể lọc được được biểu thị bằng miligam trên 100 mL, và được báo cáo là tổng các chất không tan.

5 Ý nghĩa và sử dụng

5.1 Phương pháp này đưa ra thông số về độ ổn định oxy hóa của nhiên liệu diesel sinh học và hỗn hợp nhiên liệu diesel sinh học.

5.2 Phương pháp này không đưa ra dự đoán lượng chất không tan được tạo thành khi tồn chứa ngoài hiện trường đối với bất kỳ khoảng thời gian nào. Lượng chất không tan tạo thành khi tồn chứa ngoài hiện trường bị tác động bởi các điều kiện tồn chứa cụ thể luôn thay đổi nên phương pháp này không dự đoán chính xác được.

5.3 Phương pháp này cho các kết quả nhanh hơn so với phương pháp ASTM D 4625 với phép thử trong bình và điều kiện nhiệt độ là 43 °C. Tuy nhiên, dưới tác dụng của nhiệt độ cao đáng kể và của

oxy tinh khiết, bản chất và lượng các chất không tan có thể bị sai lệch lớn hơn so với các chất không tan hình thành khi tồn chứa ngoài hiện trường xác định theo ASTM D 4625.

6 Sự cản trở

6.1 Quá trình oxy hóa là quá trình hóa học cơ bản tạo thành các chất không tan kết dính và các chất không tan có thể lọc được. Bất kỳ chất nào khác, như đồng hoặc crom, có xúc tác các phản ứng oxy hóa thì sẽ tạo ra các chất không tan nhanh hơn hoặc nhiều hơn, hoặc cả hai. Vì các thiết bị sử dụng trong phương pháp này cũng có thể sử dụng trong ASTM D 943 với cuộn dây đồng hoặc dây thép xoắn dùng làm xúc tác, do vậy cần loại bỏ các cặn chứa những kim loại này khỏi thiết bị bằng cách làm sạch thật kỹ các thiết bị trước khi sử dụng. Tương tự, để ngăn sự có mặt của các ion crom, cũng như để bảo vệ cho các thí nghiệm viên tránh các tác hại tiềm ẩn, không dùng axit cromic để làm sạch các dụng cụ thủy tinh.

6.2 Tiếp xúc với ánh sáng tử ngoại sẽ làm tăng tổng lượng các chất không tan. Do vậy, nhiên liệu đem thử cần được bảo quản che chắn, tránh tiếp xúc trực tiếp với ánh sáng tử ngoại (ánh sáng mặt trời hoặc ánh sáng huỳnh quang). Thực hiện các công việc lấy mẫu, đo, lọc và cân mẫu phải tránh tiếp xúc trực tiếp với ánh sáng mặt trời và thực hiện thử nghiệm tại các vị trí tối, phù hợp với các vận hành khác trong phòng thử nghiệm. Bảo quản nhiên liệu trước khi xử lý, tiến hành quá trình xử lý và làm nguội sau xử lý phải được thực hiện trong chỗ tối.

7 Thiết bị, dụng cụ

7.1 Bộ oxy hoá, bằng thủy tinh boro silicat, như trong Hình 1, bao gồm ống thử nghiệm, ống sinh hàn và ống cấp oxy. Bộ này giống như bộ sử dụng trong TCVN 8146 (ASTM D 2274).

7.2 Bể gia nhiệt, có khả năng duy trì nhiệt độ bể ổn định tại $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Bể phải đủ lớn để có thể đặt chìm các bộ oxy hoá với độ sâu khoảng 350 mm. Ngoài ra, bể cũng được che chắn sao cho các mẫu nhiên liệu trong các bộ oxy hoá không bị tiếp xúc với ánh sáng trong quá trình oxy hóa.

7.3 Lưu lượng kế, có khả năng đo lưu lượng dòng oxy $3\text{ L/h} \pm 0,3\text{ L/h}$. Mỗi bộ oxy hóa được trang bị một lưu lượng kế.

7.4 Tủ sấy bộ lọc, có khả năng làm bay hơi dung môi an toàn ở $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ để sấy các vật liệu lọc.

7.5 Tủ sấy dụng cụ thủy tinh, có khả năng sấy các dụng cụ thủy tinh ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

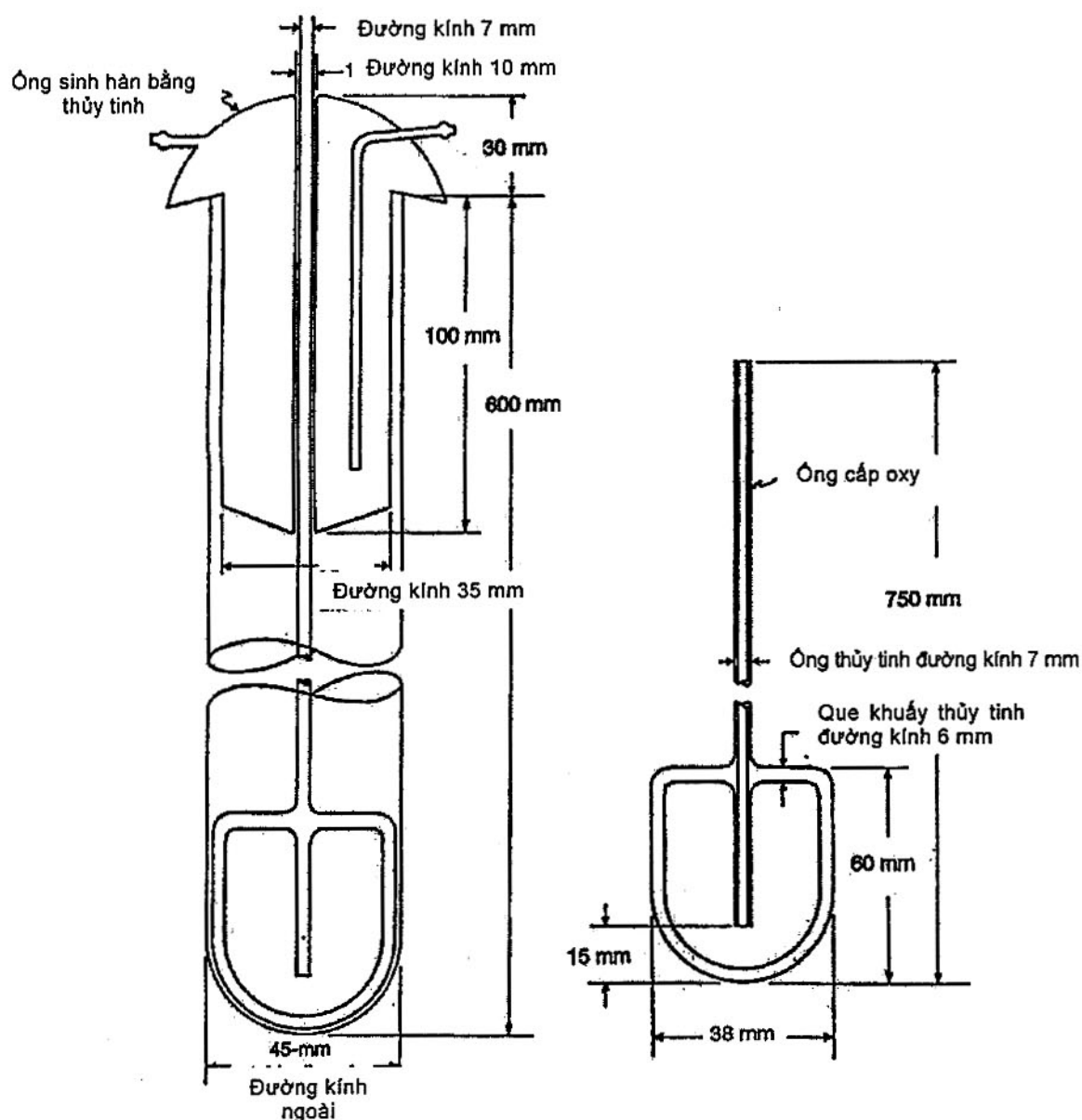
7.6 Thiết bị lọc, xem Hình 2, có khả năng giữ bộ lọc như mô tả tại 7.7.

7.7 Màng lọc, màng lọc sợi thủy tinh đường kính 47 mm với kích thước lỗ danh nghĩa $0,7\text{ }\mu\text{m}$.

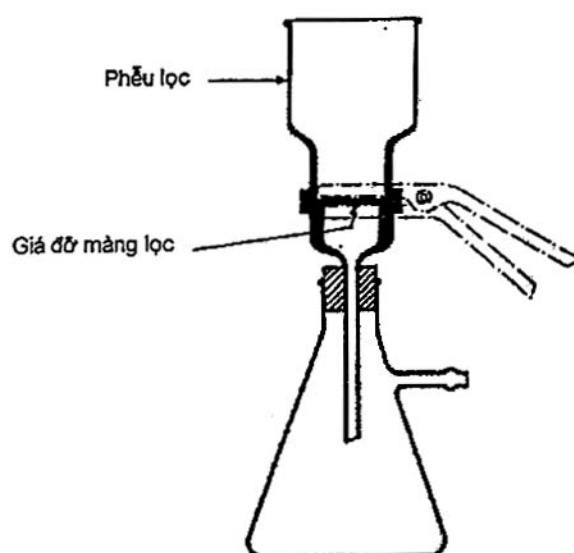
7.8 Cốc bay hơi, bằng thủy tinh boro silicat, có dung tích 100 mL đến 200 mL.

7.9 Bếp điện phẳng, có khả năng gia nhiệt chất lỏng trong cốc bay hơi (7.8) đến 135 °C.

7.10 Cần hiệu chuẩn định kỳ tất cả các thiết bị theo hướng dẫn của nhà chế tạo để đảm bảo tính ổn định của các kết quả.



Hình 1 – Bộ oxy hoá



Hình 2 – Thiết bị xác định các chất không tan có thể lọc được

8 Thuốc thử và vật liệu

8.1 Độ tinh khiết của thuốc thử – Trong toàn bộ các phép thử đều sử dụng các hoá chất cấp thuốc thử. Trừ khi có quy định khác, tất cả các thuốc thử phải phù hợp với các tiêu chuẩn hiện hành. Có thể sử dụng các loại khác, với điều kiện là các thuốc thử này có độ tinh khiết cao phù hợp, khi sử dụng không làm giảm độ chính xác của phép thử.

8.2 Độ tinh khiết của nước – Trừ khi có quy định khác, nước được đề cập đến trong tiêu chuẩn này được hiểu là nước cấp thuốc thử, phù hợp loại III quy định trong TCVN 2117 (ASTM D 1193).

8.3 2,2,4-trimethylpentan (isooctan) – Có độ tinh khiết 99,75 % đã lọc trước qua màng lọc quy định tại 7.7.

8.4 Oxy, có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99,5 %. Khi oxy được cấp qua hệ thống ống, cần cấp qua bộ lọc trung gian được đặt trước bể ổn nhiệt để tránh hơi ẩm hoặc bụi bẩn lọt từ đường ống vào bình oxy hóa, sử dụng bộ điều áp thích hợp để duy trì lưu lượng dòng khí không đổi qua hệ thống thiết bị. Sử dụng bình khí oxy có độ tinh khiết quy định, có lắp bộ điều áp hai pha để cấp khí.

8.5 Hỗn hợp ba dung môi, là hỗn hợp gồm ba thành phần aceton, metanol và toluen có thể tích bằng nhau. Xem 8.1. Nếu hỗn hợp ba dung môi sử dụng aceton cấp thương phẩm không tinh khiết thì sẽ làm tăng rõ ràng lượng không tan kết dính đo được. Điều đặc biệt quan trọng là không được sử dụng các loại dung môi cấp kỹ thuật, thương mại, thực hành hoặc công nghiệp (tuy nhiên được chỉ định theo từng nhà sản xuất), vì nếu dùng các loại này có thể gây ra tăng rõ ràng lượng các chất không tan kết dính) (Cảnh báo – Nguy cơ gây cháy, độc).

9 Lấy mẫu

9.1 Mẫu phòng thử nghiệm được lấy theo TCVN 6777 (ASTM D 4057), hoặc ASTM D 4177 hoặc theo các tiêu chuẩn khác miễn là lấy được mẫu đại diện.

9.2 Ngay sau khi nhận mẫu, phải tiến hành phân tích các mẫu nhiên liệu càng sớm càng tốt. Nếu không thể thực hiện phép thử mẫu nhiên liệu trong ngày thì phải ngăn cách mẫu bằng khí trơ như nitơ không chứa oxy, argon, hoặc heli. Bảo quản mẫu tại nhiệt độ từ 5 °C đến 10 °C.

9.3 *Mẫu thử* – Chia mẫu phòng thử nghiệm đến cỡ mẫu thử (khoảng 400 mL cho mỗi phép xác định) phụ thuộc vào cỡ mẫu nhận được từ phòng thử nghiệm. Nếu mẫu phòng thử nghiệm được bảo quản trong bồn chứa, phuy hoặc can 19 L hoặc can lớn hơn thì áp dụng quy trình thích hợp nêu trong TCVN 6777 (ASTM D 4057). Với các mẫu phòng thử nghiệm nhỏ hơn thì phải trộn kỹ bằng cách lắc, xoay tròn, hoặc theo cách khác trước khi chia mẫu bằng cách rót, sử dụng pipet hoặc bằng các dụng cụ khác. Các dụng cụ như ống lấy mẫu, bẫy lấy mẫu, pipet, cốc đựng hoặc các dụng cụ khác sẽ tiếp xúc với mẫu phòng thử nghiệm cần được rửa sạch bằng hỗn hợp ba dung môi và sấy khô trước khi sử dụng. Trước khi trộn kỹ và tiến hành chia mẫu, cần làm cho mẫu ấm lên đến nhiệt độ phòng hoặc gia nhiệt tới nhiệt độ cao hơn điểm đục của mẫu thử.

10 Chuẩn bị thiết bị

10.1 *Chuẩn bị các dụng cụ thủy tinh trừ bộ oxy hoá* – Tráng kỹ các dụng cụ thủy tinh bằng hỗn hợp ba dung môi, tiếp theo bằng nước, sau đó rửa bằng chất tẩy rửa trung tính dùng cho phòng thử nghiệm hoặc kiểm yếu. Tráng ba lần bằng nước cất hoặc nước khử ion. Sấy khô dụng cụ thủy tinh trong tủ sấy hoặc tráng bằng acetone và để khô trong không khí để loại nước.

10.2 *Chuẩn bị bộ oxy hoá và các phụ kiện* – Sau khi thực hiện xong 10.1, rót đầy dung dịch chất tẩy rửa pha trong nước vào bộ oxy hoá. Cho dụng cụ thủy tinh ngâm trong dung dịch rửa ít nhất hai giờ. Rửa, đổ đi, sau đó tráng năm lần bằng nước vòi, và tiếp tục tráng ba lần bằng nước cất hoặc nước khử ion. Tráng bằng acetone, đổ đi và để khô bộ oxy hoá cũng như ống cấp oxy.

10.3 *Chuẩn bị cốc bay hơi* – Sấy khô các cốc đã sạch (10.1) trong tủ sấy tại nhiệt độ 105 °C ± 5 °C trong 1 h. Đặt các cốc gần cân cẩn thận tránh cốc bị bụi từ các hạt trong không khí hoặc từ các chất gây ô nhiễm khác. Để nguội trong 1 h. Cân các cốc chính xác đến 0,1 mg.

11 Cách tiến hành

11.1 *Chuẩn bị mẫu* – Đặt màng lọc (được mô tả tại 7.7) trên giá đỡ màng lọc và kẹp phễu lọc vào giá như thể hiện trên Hình 2. Tiến hành hút chân không (với áp suất khoảng 80 kPa). Rút

400 mL nhiên liệu qua bộ lọc (xem 7.7) vào một bình hút sạch bằng thủy tinh dung tích 500 mL (10.1). Lắp lại cách chuẩn bị cho từng mẫu thử. Sau khi lọc xong, bỏ màng lọc đi. Không dùng cùng màng lọc cho mẫu thử thứ hai, vì bất kỳ vật liệu nào của mẫu trước bám trên màng lọc đều có thể dẫn đến việc làm cho lượng lọc được của mẫu sau tăng lên.

11.2 Lắp thiết bị oxy hoá

11.2.1 Nối ống cấp oxy đã được làm sạch vào bộ oxy hóa đã được làm sạch (Điều 10) và rót vào bộ oxy hoá 350 mL $\pm$ 5 mL mẫu nhiên liệu đã lọc. Ngay sau khi đóng rót xong nhiên liệu nhưng dù trong trường hợp nào cũng không được để quá 1 h, ngâm bộ oxy hóa vào bể gia nhiệt ở 95 °C. Trong bất kỳ khoảng thời gian chuyển tiếp nào, bộ oxy hoá cần được bảo quản trong chỗ tối. Mức nhiên liệu trong bộ oxy hoá phải thấp hơn mức chất lỏng trong bể gia nhiệt.

11.2.2 Lắp ống sinh hàn trên ống cấp oxy và bộ oxy hoá, nối ống ngưng với nước làm lạnh. Nối ống cấp oxy với nguồn cấp qua lưu lượng kế và điều chỉnh lưu lượng đến 3 L/h $\pm$ 0,3 L/h. Chú ý bảo vệ các mẫu tránh tiếp xúc với ánh sáng. Khi số lượng các bình oxy hoá nhỏ hơn dung lượng của bể gia nhiệt, đặt vào các chỗ trống bằng các bình oxy hoá giả chứa 350 mL sản phẩm dầu mỏ dạng lỏng có tính bền và có tính chất vật lý tương tự với tính chất của nhiên liệu đang được thử.

11.2.3 Ghi thời gian mà bộ oxy hoá đầu tiên được đặt vào bể gia nhiệt là điểm zero.

11.3 Làm nguội mẫu

11.3.1 Sau khoảng thời gian 16 h $\pm$ 0,25 h kể từ thời điểm zero, lấy các mẫu ra khỏi bể gia nhiệt theo thứ tự như lúc đặt vào. Lấy lá nhôm hoặc nhựa dày lên từng bộ để tránh bị bụi bẩn hoặc hơi ẩm. Ghi lại thời điểm khi lấy bình đầu tiên ra.

11.3.2 Đặt bộ oxy hoá trong chỗ tối, có thông gió ở nhiệt độ phòng cho đến khi nhiên liệu đạt được nhiệt độ phòng, nhưng không lâu hơn 4 h.

11.4 Xác định các chất không tan có thể lọc được

11.4.1 Với từng mẫu thử cần lọc, sử dụng một màng lọc sợi thủy tinh đơn lẻ, đã cân trước. Ngoài ra, đối với từng bộ mẫu được phân tích trong một lần thử nghiệm, sử dụng một màng lọc sợi thủy tinh đơn lẻ làm mẫu trắng để kiểm soát.

CHÚ THÍCH 3: Phương pháp màng lọc xếp chồng lên nhau dùng trong phương pháp thử TCVN 8146 (ASTM D 2274) đã cho thấy sai số khi thử nghiệm đối với nhiên liệu diesel sinh học.

11.4.2 Lắp thiết bị lọc như nêu trên Hình 2, sử dụng một màng lọc sợi thủy tinh đơn lẻ, đã cân trước. Tiến hành hút chân không và rót mẫu đã nguội qua màng lọc.

CHÚ THÍCH 4: Nếu việc lọc mẫu không hoàn tất trong vòng 25 min là do bộ lọc bị tắc nghiêm trọng, thì nhiên liệu còn lại trong bộ lọc đó được chuyển sang bộ lọc thứ hai, đã được cân trước.

11.4.3 Bỏ mẫu đã lọc ra khỏi bình lọc và giữ lại mẫu đó để phân tích thêm, nếu cần. Lắp lại thiết bị lọc để tiến hành tráng rửa.

11.4.4 Khi hoàn tất việc lọc, tráng toàn bộ bộ oxy hoá ba lần, mỗi lần một lượng thể tích bằng $50\text{ mL} \pm 5\text{ mL}$ isooctan lấy từ bình tia hoặc bình có khả năng tạo ra dòng nhỏ isooctan một cách trực tiếp. *Không nhất thiết phải chùi rửa quá mạnh đối với bộ oxy hóa. Chỉ cần sao cho tất cả cặn của nhiên liệu diesel sinh học phải được loại bỏ ra khỏi bề mặt bình thủy tinh.* Cho tất cả chất rửa qua bộ lọc.

11.4.5 Sau khi đã thực hiện xong việc tráng bộ oxy hoá, rửa các mặt trong của phễu lọc từ trên xuống bằng một lượng bổ sung là $50\text{ mL} \pm 5\text{ mL}$ isooctan phun thành tia nhỏ. Tia isooctan phải được hướng sao cho có thể đẩy tất cả các hạt cặn vào giữa bộ lọc.

11.4.6 Sau khi lọc xong, tháo phần trên của bộ lọc ra và rửa xung quanh màng lọc xuôi xuống và rửa các phần liên kề bằng một lượng $50\text{ mL} \pm 5\text{ mL}$ isooctan. Đảm bảo diện tích của bộ lọc trước đó dưới phễu lọc được rửa đủ sạch để loại bỏ hoàn toàn cặn nhiên liệu chưng cất. *Không nhất thiết phải chùi rửa quá mạnh đối với bộ oxy hóa. Chỉ cần sao cho tất cả cặn của nhiên liệu diesel sinh học phải được loại bỏ ra khỏi bộ lọc.* Ngắt chân không và tháo bộ lọc. Bỏ phần dung môi rửa thu được.

11.4.7 Sấy khô bộ lọc ở $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 min, để nguội bộ lọc trong 30 min, và cân bộ lọc chính xác đến 0,1 mg.

11.5 Xác định các chất không tan kết dính

11.5.1 Sau khi rửa lần cuối bộ oxy hoá và ống cấp oxy bằng isooctan, hòa tan các chất không tan kết dính đã được lấy từ bề mặt của bình oxy hoá và ống cấp oxy bằng cách rửa ba lần với tổng là $75\text{ mL} \pm 5\text{ mL}$ hỗn hợp ba dung môi.

11.5.2 Kiểm tra xem có vết bẩn, hoặc vết màu do rửa chưa sạch bộ oxy hoá và ống cấp oxy hay không. Nếu thấy có vết ố hoặc vết màu như vậy thì tráng lần thứ tư bằng 25 mL hỗn hợp ba dung môi.

11.5.3 Cho bay hơi hỗn hợp ba dung môi từ phần nước rửa theo một trong hai cách sau:

11.5.3.1 Gom toàn bộ phần nước rửa vào cốc bay hơi đã cân bì. Đặt cốc chứa dung dịch này lên trên bếp điện, và cho bay hơi hỗn hợp ba dung môi ở nhiệt độ $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong tủ hút. Khi dung môi đã bay hơi hết đặt cốc vào bình hút ẩm không có chất hút ẩm để cho nguội trong 1 h. Khi cốc đã nguội và khô, cân chính xác đến 0,1 mg.

11.5.3.2 Cách khác, gom phần nước rửa vào một hoặc hai cốc dung tích 100 mL như quy định trong TCVN 6593 (ASTM D 381) và cho bay hơi hỗn hợp ba dung môi ở $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo phương pháp phun khí quy định trong TCVN 6593 (ASTM D 381).

11.5.4 Tiến hành mẫu trắng cho các chất không tan kết dính bằng cách cho bay hơi một lượng hỗn hợp ba dung môi tương đương đã sử dụng trong phương pháp này và hiệu chỉnh sự có mặt của các tạp chất của dung môi.

12 Tính kết quả

12.1 Khối lượng các chất không tan có thể lọc được (F) tính bằng miligam trên 100 mL. Lấy các khối lượng cuối cùng của bộ lọc chứa mẫu (W_2) và bộ lọc chứa mẫu trắng (W_4) tương ứng trừ đi khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu (W_1) và khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu trắng (W_3). Trừ khối lượng mẫu trắng đã hiệu chỉnh từ khối lượng mẫu đã hiệu chỉnh và chia cho 3,5.

$$F = \frac{(W_2 - W_1) - (W_4 - W_3)}{3,5} \quad (1)$$

trong đó

- W_1 là khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu, tính bằng mg;
- W_2 là khối lượng cuối cùng của bộ lọc chứa mẫu, tính bằng mg;
- W_3 là khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu trắng, tính bằng mg; và
- W_4 là khối lượng cuối cùng của bộ lọc chứa mẫu trắng, tính bằng mg.

12.2 Khối lượng các chất không tan kết dính (A), tính bằng miligam trên 100 mL. Lấy các khối lượng cuối cùng của cốc đựng mẫu (W_6) và cốc đựng mẫu trắng (W_8) tương ứng trừ đi khối lượng bì của cốc đựng mẫu (W_5) và khối lượng bì của cốc đựng mẫu trắng (W_7). Trừ khối lượng mẫu trắng đã hiệu chỉnh từ khối lượng mẫu đã hiệu chỉnh và chia cho 3,5.

$$A = \frac{(W_6 - W_5) - (W_8 - W_7)}{3,5} \quad (2)$$

trong đó

- W_5 là khối lượng bì của cốc đựng mẫu, tính bằng mg;
- W_6 là khối lượng cuối cùng của cốc đựng mẫu, tính bằng mg;
- W_7 là khối lượng bì của cốc đựng mẫu trắng, tính bằng mg; và
- W_8 là khối lượng cuối cùng của cốc đựng mẫu trắng, tính bằng mg.

12.3 Tổng khối lượng các chất không tan (T), tính theo miligam trên 100 mL, là tổng của các chất không tan có thể lọc được (F) và các chất không tan kết dính (A).

$$T = F + A \quad (3)$$

trong đó

- T* là tổng khối lượng các chất không tan, tính bằng mg/100 mL;
F là khối lượng các chất không tan có thể lọc được, tính bằng mg/100 mL; và
A là khối lượng các chất không tan kết dính, tính bằng mg/100 mL;

13 Báo cáo

13.1 Báo cáo tổng các chất không tan được (*T*) tính bằng mg/100 mL, chính xác đến 0,1 mg/100 mL.

13.2 Tùy theo có thể báo cáo các chất không tan có thể lọc được (*F*), và các chất không tan kết dính (*A*). Báo cáo kết quả theo miligam trên 100 mL.

14 Độ chụm và độ chệch

14.1 *Độ chụm* – Dữ liệu từ hai phòng thử nghiệm đưa ra độ chụm để xác định độ ổn định oxy hóa của phương pháp thử này đối với nhiên liệu diesel sinh học và hỗn hợp nhiên liệu diesel sinh học pha trộn là cần thiết và được quy định trong ASTM D 2274 (TCVN 8146).

14.2 *Độ chệch* – Vì không có vật liệu chuẩn được chấp nhận phù hợp để xác định độ chệch của phương pháp, nên tiêu chuẩn này không quy định về độ chệch.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Các chất không tan isooctan (quy trình bổ sung tùy chọn đối với mẫu đã già hóa)

A.1 Lời giới thiệu

Quy trình này là tùy chọn được soạn thảo để thực hiện một mẫu thử bổ sung, đó là phép đo lượng các polyme có khả năng hòa tan trong B100 nhưng sẽ tạo kết tủa khi B100 đã già hóa được hòa vào dung môi không phân cực là isooctan. Quy trình này thường chỉ thực hiện điển hình đối với B100, không sử dụng quy trình này với hỗn hợp diesel sinh học.

A.2 Cách tiến hành

A.2.1 Sấy khô trong tủ sấy và cân một cặp bộ lọc sợi thủy tinh (một mẫu thử và một mẫu trắng) như trong Điều 11.

A.2.2 Tiến hành trộn 100 mL mẫu đã già hóa (xem 11.4.3) với 400 mL isooctan đã lọc trong một bình thủy tinh có kích cỡ thích hợp. Lắc hỗn hợp trong khoảng 10 s để mẫu hòa trộn hoàn toàn với dung môi. Để yên hỗn hợp trong khoảng từ 10 đến 15 min.

A.2.3 Lắp thiết bị lọc chỉ được dùng các màng lọc mẫu đã chuẩn bị tại A.2.1.

A.2.4 Tiến hành hút chân không đối với thiết bị lọc và rót hỗn hợp mẫu/dung môi qua bộ lọc. Lọc toàn bộ hỗn hợp.

A.2.5 Tráng rửa bình thủy tinh và phễu lọc bằng một lượng isooctan vừa đủ để lấy được tất cả các cặn có thể nhìn thấy bằng mắt thường của biodiesel B100. Bước thực hiện này có thể phải cần vài trăm mililit dung môi, nhưng với mức tối thiểu thì chỉ cần ba lần thể tích 25 mL dung môi để tráng rửa bình thủy tinh. Dùng một bình tia dung môi để tráng mặt bên trong phễu lọc. Lọc toàn bộ phần dung môi rửa thu được.

A.2.6 Tháo phễu lọc và cẩn thận tráng sạch cặn từ đáy phễu lọc chuyển sang màng lọc. Sau đó cẩn thận rửa sạch bộ lọc để loại bỏ các vết nhiên liệu diesel sinh học còn sót lại.

A.2.7 Ngắt chân không và tháo bộ lọc mẫu.

A.2.8 Sấy khô bộ lọc chứa mẫu và bộ lọc chứa mẫu trắng trong tủ sấy, để nguội bộ lọc, và cân lại các bộ lọc như trong Điều 11.

A.3 Tính kết quả

A.3.1 Khối lượng các chất không tan isooctan (I), tính bằng miligam trên 100 mL. Trừ khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu trắng (W_{11}) và khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu (W_9) từ các khối lượng cuối cùng của bộ lọc chứa mẫu và bộ lọc chứa mẫu trắng (W_{10}), (W_{12}) tương ứng. Trừ khối lượng mẫu trắng đã hiệu chỉnh từ khối lượng mẫu đã hiệu chỉnh và chia cho 3,5.

$$I = \frac{(W_{10} - W_9) - (W_{12} - W_{11})}{3,5} \quad (\text{A.1})$$

trong đó

W_9 là khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu, tính bằng mg;

W_{10} là khối lượng cuối cùng của bộ lọc chứa mẫu, tính bằng mg;

W_{11} là khối lượng bì của bộ lọc chứa mẫu trắng, tính bằng mg; và

W_{12} là khối lượng cuối cùng của bộ lọc chứa mẫu trắng, tính bằng mg.

A.4 Báo cáo

A.4.1 Báo cáo các chất không tan isooctan (I) tính bằng mg/100 mL.
