

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9790 : 2013

ASTM D 473 - 07

Xuất bản lần 1

**DẦU THÔ VÀ NHIÊN LIỆU ĐỐT LÒ (FO)-
XÁC ĐỊNH CẶN BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHIẾT**

*Standard test method for sediment in crude oils and fuel oils
by the extraction method*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9790:2013 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D473 – 07 *Standard Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method*, với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 473 – 07 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 9790:2013 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC28/SC2 *Nhiên liệu lỏng – Phương pháp thử* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dầu thô và nhiên liệu đốt lò (FO) – Xác định cặn bằng phương pháp chiết

Standard test method for sediment in crude oils and fuel oils by the extraction method

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định cặn có trong dầu thô và nhiên liệu đốt lò bằng cách chiết với toluen. Độ chụm của phương pháp này áp dụng cho dải các hàm lượng cặn từ 0,01 % khối lượng đến 0,40 % khối lượng, tuy nhiên những hàm lượng cao hơn cũng có thể xác định được.

CHÚ THÍCH 1: Độ chụm đối với dầu tái chế và dầu cacte (dầu trục khuỷu) là chưa biết và cần tiến hành thử nghiệm bổ sung để xác định độ chụm đó.

1.2 Các giá trị tính theo đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị ghi trong ngoặc chỉ dùng để tham khảo.

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. Xem thêm 5.1.1.6 và 6.1 về các cảnh báo cụ thể.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 6777 (ASTM D 4057), *Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp lấy mẫu thủ công*.

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 5854, *Practice for mixing and handling of liquid samples of petroleum and petroleum products (Dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp trộn và bảo quản mẫu lỏng)*.

ASTM E29, *Practice for using significant digits in test data to determine conformance with specifications (Phương pháp sử dụng các chữ số có nghĩa trong các số liệu của phép thử để xác định sự phù hợp với các tiêu chuẩn kỹ thuật)*.

ISO 5272, *Toluene for industrial use – Specifications (Toluen sử dụng trong công nghiệp – Yêu cầu kỹ thuật)*.

3 Tóm tắt phương pháp

Dùng toluen nóng chiết phần mẫu thử của mẫu dầu đại diện được chứa trong ống chiết chịu nhiệt cho đến khi cạn đạt tới khối lượng không đổi. Khối lượng cạn tính theo phần trăm, được báo cáo là cạn theo phương pháp chiết.

4 Ý nghĩa và sử dụng

Sự hiểu biết về hàm lượng cạn có trong dầu thô và nhiên liệu đốt lò là rất quan trọng đối với quá trình vận hành cơ sở lọc dầu và các cơ sở bán hoặc mua các sản phẩm này.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Phương pháp này sử dụng các thiết bị và dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ dưới đây.

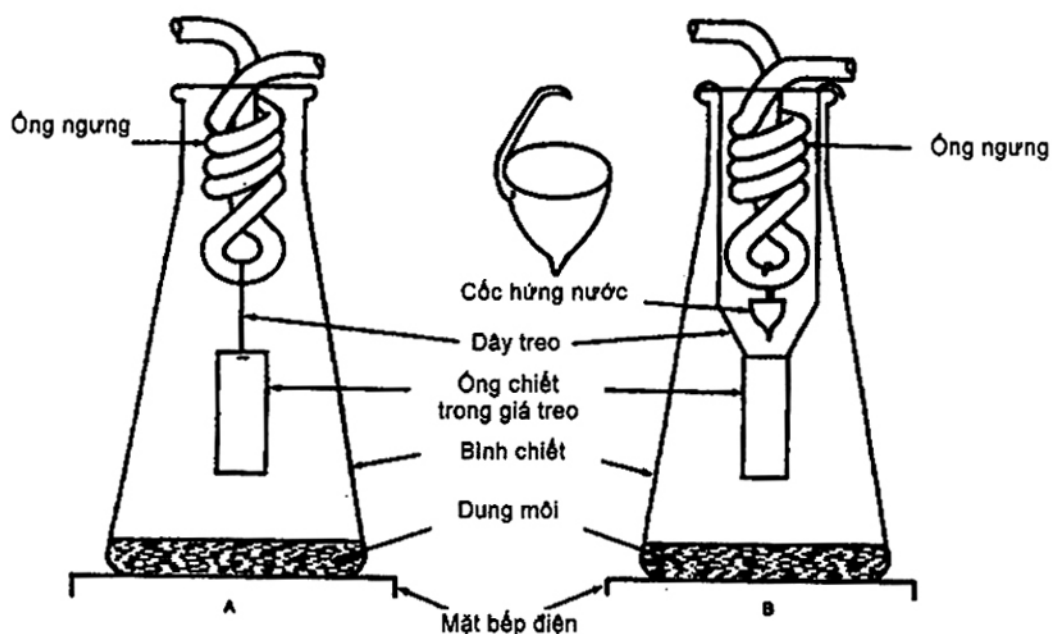
5.1.1 **Thiết bị chiết** – Sử dụng thiết bị như mô phỏng trên Hình 1 và Hình 2 và bao gồm các phụ kiện như nêu tại 5.1.1.1 đến 5.1.1.3.

5.1.1.1 *Bình chiết* – Sử dụng bình loại cổ rộng (bình tam giác) có dung tích 1 L, đường kính ngoài của cổ tối thiểu bằng 50 mm.

5.1.1.2 *Ống ngưng* – là ống kim loại ở dạng cuộn có đường kính xấp xỉ 25 mm và chiều dài 50 mm được gắn với một nắp đậy sao cho hai đầu ống ngưng xuyên qua nhô ra khỏi nắp và nắp có đường kính phù hợp để đậy lên cổ bình như mô tả tại Hình 1. Ống cuộn làm bằng thép không gỉ, thiếc, đồng mạ thiếc, hoặc đồng thau mạ thiếc, có đường kính ngoài từ 5 mm đến 8 mm và thành ống dày 1,5 mm. Nếu ống bằng đồng thau hoặc bằng đồng mạ thiếc thì lớp phủ thiếc phải có chiều dày tối thiểu bằng 0,075 mm. Diện tích bề mặt tiếp xúc của ống cuộn dùng cho mục đích làm nguội là khoảng 115 cm².

CHÚ THÍCH 2: Để tránh hơi toluen gây đánh lửa, biện pháp phù hợp là sử dụng bộ kiểm soát/đồng hồ đo lưu lượng nước để điều chỉnh lưu lượng nước vào bộ ngưng giúp cắt nguồn nhiệt khi tốc độ dòng xuống thấp hơn giới hạn đã đặt trước. Nên sử dụng những thiết bị đã nêu.

5.1.1.3 *Ống chiết* – Ống chiết phải được làm bằng vật liệu xốp chịu lửa, kích thước lỗ từ 20,0 µm đến 30,0 µm (do nhà sản xuất chứng nhận), đường kính 25 mm, cao 70 mm, khối lượng không nhỏ hơn 15 g và không lớn hơn 17 g. Treo ống chiết thẳng dưới cuộn ngưng bằng một giá treo sao cho ống được treo ở khoảng giữa tính từ bề mặt dung môi chiết đến đáy của cuộn ngưng.



CHÚ THÍCH: Thiết bị B mô tả vị trí cốc hứng nước

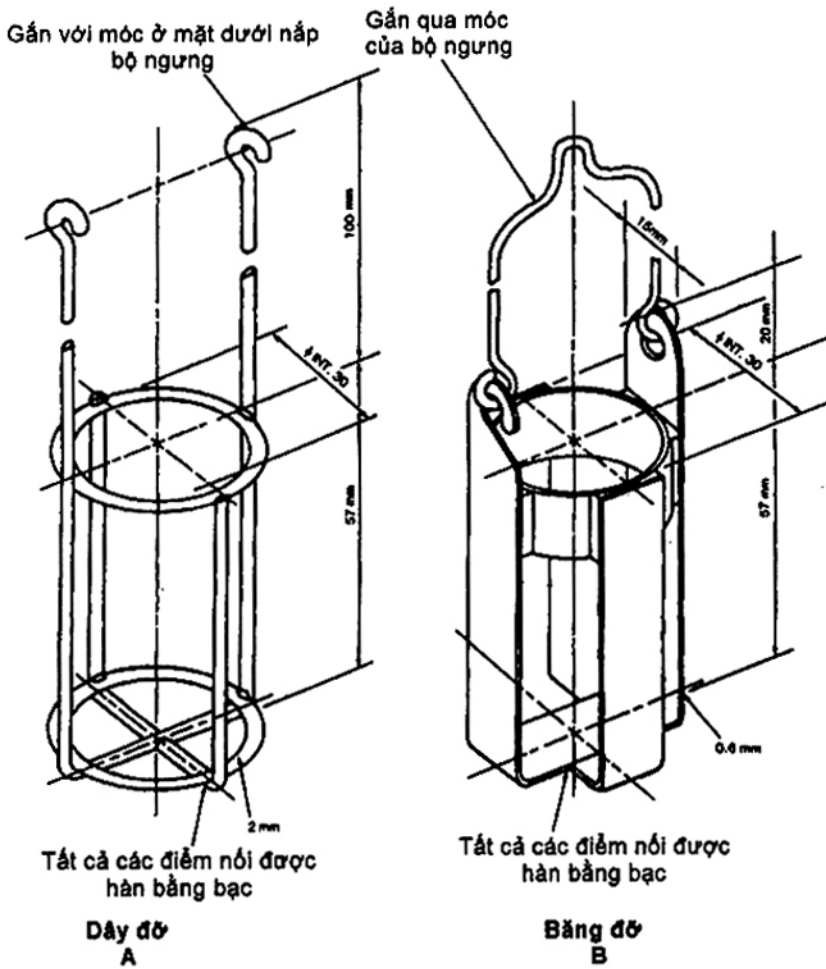
Hình 1 – Thiết bị chiết dùng cho phép xác định cặn

5.1.1.4 Giá treo ống – Giá treo ống phải chịu được ăn mòn và phải được làm bằng platin, thép không gỉ, hợp kim niken-crom, hoặc bằng vật liệu tương tự. Hình 2 mô tả thiết kế và kích thước của hai loại giá treo đã được sử dụng tốt trong công nghiệp.

5.1.1.5 Cốc hứng nước – Sử dụng cốc hứng nước khi tiến hành thử nghiệm mẫu đã xác định là có hàm lượng nước lớn hơn 10 % thể tích (xem Hình 1, Thiết bị B). Cốc được làm bằng thủy tinh, hình côn, đường kính xấp xỉ khoảng 20 mm và sâu 25 mm, có dung tích khoảng 3 mL. Móc treo bằng thủy tinh được gắn vào một bên trên miệng cốc bằng cách nung chảy, hình dạng của móc đảm bảo sao cho khi cốc treo trên cuộn ngưng thì miệng cốc ở mức thẳng bằng hợp lý. Trong qui trình này, treo giá treo ống như mô tả trên Hình 1. Thiết bị A sử dụng dây chịu ăn mòn móc vào đáy cuộn ngưng và gắn với giá treo ống, hoặc như Hình 1. Thiết bị B, dây đỡ giá treo ống được gắn với các móc hàn dưới nắp bộ ngưng.

5.1.1.6 Nguồn nhiệt – Tốt nhất là sử dụng nguồn nhiệt bằng bếp điện trong tủ hút thông gió, phù hợp để toluen bay hơi (Cảnh báo – Dễ cháy).

5.2 Cân phân tích – Sử dụng cân phân tích có độ chính xác đến 0,1 mg. Ít nhất mỗi năm kiểm định cân một lần theo các chuẩn dẫn xuất với cơ quan tiêu chuẩn quốc gia, ví dụ như: Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng.



Hình 2 – Giá treo ống chiết

5.3 Máy trộn kín (không có không khí) (Non-aerating mixer) – Sử dụng máy trộn kín, phù hợp các yêu cầu về hiệu suất trộn qui định tại ASTM D 5854 (API chương 8.3). Có thể dùng máy trộn hoặc các máy trộn tuần hoàn hoặc các máy trộn bên ngoài tuần hoàn đều được chấp nhận miễn là đáp ứng các yêu cầu của ASTM D 5854 (API chương 8.3).

5.4 Tủ sấy – Sử dụng tủ sấy có khả năng duy trì nhiệt độ tại 115 °C đến 120 °C (240 °F đến 250 °F).

5.5 Bình làm nguội – Sử dụng bình hút ẩm không có chất hút ẩm làm bình làm nguội.

5.6 Dụng cụ đo nhiệt độ – Ví dụ nhiệt kế, có khả năng đo nhiệt độ của mẫu thử chính xác đến 1 °C (2 °F).

6 Dung môi

6.1 Toluene – Cấp thuốc thử hoặc Cấp 2 theo qui định của ISO 5272. (Cảnh báo – Dễ cháy. Tránh xa nguồn nhiệt, tia lửa và ngọn lửa trần. Hơi có hại. Toluene là chất độc. Đặc biệt chú ý tránh hít thở hơi này và chú ý bảo vệ mắt. Dùng trong bình chứa đóng kín. Sử dụng nơi thông thoáng tốt. Tránh không để da tiếp xúc lâu và lặp lại nhiều lần).

6.1.1 Các đặc tính điển hình đối với thuốc thử của hiệp hội hóa học Hoa kỳ (ACS) được nêu tại Bảng 1.

Bảng 1 – Các đặc tính điển hình đối với toluene cấp thuốc thử (ACS)

Hàm lượng toluene, không nhỏ hơn	99,5+ %
Màu (APHA)	10
Dải sôi (điểm sôi đầu đến điểm khô) ^A	2,0 °C
Cặn sau bay hơi	0,001 %
Các chất bị sẫm màu bởi H ₂ SO ₄	Đạt
Các hợp chất lưu huỳnh (quy ra S)	0,003 %
Nước (H ₂ O) (xác định theo chuẩn độ Karl Fischer)	0,03 %
^A Điểm sôi tại 110,6 °C	

7 Lấy mẫu

7.1 Lấy mẫu bao gồm tất cả các bước yêu cầu để lấy được phần mẫu thử đại diện chứa trong các loại đường ống, bồn chứa, hoặc các hệ thống chứa khác và chuyển mẫu thử vào bình chứa mẫu thử của phòng thử nghiệm.

7.2 Chỉ sử dụng các mẫu đại diện lấy được như qui định tại TCVN 6777 (ASTM D 4057) (API Chương 8.1) và ASTM D 4177 (API Chương 8.2) cho phương pháp này.

7.3 Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thử nghiệm ngay sau khi được khuấy trộn kỹ. Gia nhiệt các mẫu sệt đến nhiệt độ hóa lỏng và nếu cần thì sử dụng máy khuấy như qui định tại 5.3 để đồng nhất mẫu. Lấy được các phần mẫu đại diện cho phép xác định này thường là rất khó, do vậy cần rất chú ý các bước khuấy và hóa lỏng.

7.4 Theo qui định tại ASTM D 5854 (API chương 8.3) ghi lại nhiệt độ mẫu trước khi khuấy trộn. Trộn mẫu phòng thử nghiệm ngay trong bình chứa mẫu gốc, sử dụng thời gian khuấy, tốc độ khuấy và vị trí khuấy tương đối so với đáy của bình chứa sao cho phù hợp với loại dầu thô hoặc nhiên liệu đốt lò đang được thử nghiệm và được thiết lập theo kết quả kiểm tra xác nhận về hiệu suất khuấy. Để tránh thất thoát các thành phần nhẹ của dầu thô hoặc các mẫu thử khác có chứa chất dễ bay hơi, cần vận hành máy khuấy qua một cái đệm lót trong bình chứa mẫu. Sau khi khuấy, lấy ngay phần mẫu thử để phân tích. Ghi lại ngay nhiệt độ của mẫu sau khi khuấy. Nếu trong quá trình khuấy trộn này nhiệt độ tăng lên quá 10 °C (20 °F), thì làm nguội mẫu và lặp lại

quá trình khuấy trộn với công suất thấp hơn. Sự tăng nhiệt độ quá 10 °C có thể dẫn đến làm giảm độ nhớt ở mức đủ để cặn lắng.

8 Cách tiến hành

8.1 Đối với các phép thử trọng tài, sử dụng ống chiết mới (5.1.1.3) được chuẩn bị phù hợp theo 8.2. Đối với các phép thử hàng ngày, các ống chiết có thể được sử dụng lại. Khi dùng lại các ống chiết, việc chiết đến khối lượng không đổi đối với một phép xác định có thể coi là chiết sơ bộ đối với phép xác định kế tiếp. Sau một vài phép xác định (cặn tích lũy có thể ảnh hưởng đáng kể đến các phép xác định sau) cần tiến hành theo quy trình quy định tại 8.3 để loại bỏ phần cặn có thể cháy được của phần cặn tích lũy. Tránh sử dụng lại liên tục các ống chiết, vì sau một thời gian các lỗ sẽ bị tắc bởi các chất vô cơ dẫn đến các kết quả sai cao. Khi nghi ngờ các kết quả cao hơn bình thường, loại bỏ ống chiết này, thực hiện lại phép thử với ống chiết mới.

8.2 *Chuẩn bị ống chiết mới* – Dùng giấy nhám mịn xoa mặt ngoài ống chiết và dùng bàn chải cứng gạt bỏ tất cả vật liệu rơi ra. Sử dụng ống này để chiết xuất bằng toluen, để dung môi nhỏ giọt từ ống chiết trong khoảng thời gian ít nhất 1 h. Sau đó sấy ống trong 1 h tại nhiệt độ từ 115 °C đến 120 °C (240 °F đến 250 °F), làm nguội trong bình làm nguội trong 1 h và cân ống với độ chính xác đến 0,1 mg. Lặp lại quá trình chiết cho đến khi khối lượng của ống sau hai lần chiết liên tiếp không chênh nhau quá 0,2 mg.

8.3 *Chuẩn bị ống chiết đã sử dụng* – Loại bỏ phần có thể cháy được của cặn tích lũy bằng cách gia nhiệt ống chiết đến nóng đỏ trong 20 min (tốt nhất là gia nhiệt trong lò nung điện duy trì nhiệt độ khoảng 750 °C (1380 °F)). Tiến hành chiết sơ bộ như qui định tại 8.2 trước khi sử dụng ống cho phép thử khác.

8.4 Cho khoảng 10 g phần mẫu thử của mẫu vào ống chiết ngay sau khi mẫu thử vừa khuấy trộn xong mà không cần có điều chỉnh lượng mẫu 10 g này về lượng chính xác đã xác định trước. Cân ống chiết cùng phần mẫu thử chính xác đến 0,01 g. Cho khoảng 150 mL đến 200 mL toluen vào bình chiết. Cho ống chiết vào thiết bị chiết, đặt bình chiết lên bếp điện và chiết bằng toluen nóng và kéo dài thời gian chiết thêm 30 min kể từ khi dung môi chảy nhỏ giọt từ ống chiết ra không màu. Đảm bảo tốc độ chiết sao cho bề mặt của hỗn hợp dầu và toluen trong ống chiết thấp hơn mức cách miệng ống 20 mm.

8.5 Khi thử nghiệm các mẫu đã xác định có hàm lượng nước lớn hơn 10 % thể tích, sử dụng cụm thiết bị như mô tả tại Hình 1, Thiết bị B. Trong quy trình này, loại bỏ toàn bộ nước trong phần mẫu ở dạng hỗn hợp đẳng phí với toluen và được thu lại vào cốc hứng nước, tại đây nước tách ra khỏi hỗn hợp đẳng phí thành lớp đáy. Lớp toluen ở phía trên chảy tràn trở lại ống chiết. Nếu cốc này bị đầy nước, để cho thiết bị nguội đi và đổ nước ra.

8.6 Sau khi đã hoàn thành quá trình chiết, sấy ống trong tủ sấy trong 1 h tại nhiệt độ từ 115 °C đến 120 °C (240 °F đến 250 °F), làm nguội trong bình làm nguội trong 1 h và cân chính xác đến 0,1 mg.

8.7 Lặp lại quá trình chiết, để dung môi nhỏ giọt từ ống chiết trong khoảng ít nhất 1 h, nhưng không lâu hơn 1,25 h, sấy khô, làm nguội và cân ống chiết như qui định tại 8.6. Lặp lại quá trình chiết này trong các khoảng chu kỳ 1 h tiếp theo, nếu cần, cho đến khi khối lượng của ống chiết cùng với cặn sau hai lần chiết liên tiếp không chênh nhau quá 0,2 mg.

9 Tính kết quả

9.1 Tính hàm lượng cặn của mẫu thử theo phần trăm khối lượng so với mẫu ban đầu.

$$S = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

trong đó

S là hàm lượng cặn của mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng;

m_1 là khối lượng của ống chiết, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của ống chiết và phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của ống chiết và cặn, tính bằng gam.

10 Báo cáo kết quả

10.1 Đối với mẫu có hàm lượng cặn tính được theo công thức 1 lớn hơn 0,005 % khối lượng, báo cáo hàm lượng cặn của mẫu theo phần trăm khối lượng là lượng cặn theo phương pháp chiết và áp dụng ASTM E29 làm tròn kết quả đến 0,01 % khối lượng. Đối với mẫu có hàm lượng cặn tính được theo công thức 1 nhỏ hơn hoặc bằng 0,005 % khối lượng, báo cáo hàm lượng cặn của mẫu là "0 % khối lượng". Báo cáo kết quả phép thử kèm theo số hiệu tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 3: Do các giá trị nước và cặn thường được báo cáo theo phần trăm thể tích nên tính thể tích cặn theo phần trăm của mẫu ban đầu. Vì một phần lớn trong cặn có thể là cát (silic dioxide, có khối lượng riêng bằng 2,32) và phần nhỏ còn lại là các chất tự nhiên khác (có khối lượng riêng tương đối thấp hơn khối lượng riêng tương đối của cát), sử dụng khối lượng riêng giả định (arbitrary) bằng 2,0 cho cặn sinh ra. Vì thế, để có được cặn tính theo phần trăm thể tích, chia cặn tính theo phần trăm khối lượng cho 2,0 và nhân với khối lượng riêng tương đối của dầu thô hoặc nhiên liệu đốt lò.

$$S_v = \frac{S}{2,0} \times \text{khối lượng riêng tương đối của dầu thô hoặc nhiên liệu đốt lò} \quad (2)$$

Trong đó

S_v là hàm lượng cặn của mẫu thử tính theo phần trăm thể tích;

S là hàm lượng cặn của mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng.

10.2 Báo cáo qui trình khuấy trộn mẫu đã được thực hiện phù hợp với các qui trình được qui định tại ASTM D 5854 (API chương 8.3). Báo cáo nhiệt độ của mẫu trước và sau khi khuấy trộn.

10.3 Báo cáo thử nghiệm bao gồm tất cả các chi tiết cần thiết để nhận dạng đầy đủ sản phẩm được thử nghiệm, đồng thời báo cáo các thay đổi đã được thống nhất hoặc các thay đổi so với qui trình qui định; và ngày, tháng thực hiện phép thử.

11 Độ chụm và độ chệch

11.1 Độ chụm – Độ chụm của phương pháp này, trên cơ sở phần trăm khối lượng và được xác định theo phương pháp nghiên cứu thống kê các kết quả giữa các phòng thử nghiệm trong dải từ 0 % đến 0,4 %, như mô tả tại 11.1.1 và 11.1.2.

11.1.1 Độ lặp lại – Sự chênh lệch giữa các kết quả thử liên tiếp thu được do cùng một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một thiết bị, với cùng một mẫu thử như nhau trong cùng một thời gian dài trong điều kiện thử không đổi, với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt giá trị sau:

$$r = 0,017 + 0,255 S \quad (3)$$

trong đó

r là độ lặp lại của phép thử;

S là kết quả trung bình của các giá trị đang so sánh, tính bằng phần trăm khối lượng.

11.1.2 Độ tái lập – Sự chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do các thí nghiệm viên khác nhau làm việc ở các phòng thí nghiệm khác nhau, trên một mẫu thử như nhau trong một thời gian dài trong điều kiện thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt giá trị sau:

$$R = 0,033 + 0,255 S \quad (4)$$

trong đó

R là độ tái lập của phép thử;

S là kết quả trung bình của các giá trị đang so sánh, tính bằng phần trăm khối lượng.

11.2 Độ chệch – Qui trình nêu trong phương pháp này không có độ chệch, vì giá trị của căn chỉ được xác định theo phương pháp này.