

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8146:2013
ASTM D 2274-10**

Xuất bản lần 2

**NHIÊN LIỆU CHỪNG CẮT –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ ỔN ĐỊNH OXY HÓA
(PHƯƠNG PHÁP TĂNG TỐC)**

***Standard test method for oxidation stability of distillate fuel oil
(Accelerated method)***

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 8146:2013 thay thế cho TCVN 8146:2010.

TCVN 8146:2013 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 2274-10 *Standard Test Method for oxidation stability of Distillate fuel oil (Accelerated method)* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 2274-10 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 8146:2013 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.

Nhiên liệu chưng cất – Phương pháp xác định độ ổn định oxy hóa (Phương pháp tăng tốc)

Standard test method for oxidation stability of distillate fuel oil (Accelerated method)

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ ổn định vốn có của các loại nhiên liệu dầu mỏ phân cất trung bình trong các điều kiện oxy hóa xác định ở 95 °C.

CHÚ THÍCH 1: Nhiên liệu sử dụng để thiết lập các số liệu độ chụm cho phương pháp này là gazoin, nhiên liệu diesel, dầu đốt No. 2 và DFM, nhiên liệu chưng cất dùng cho hàng hải phù hợp cho các động cơ diesel, nồi hơi, và động cơ turbin khí. (Thuật ngữ DFM không còn được sử dụng khi nói đến nhiên liệu phù hợp yêu cầu của MIL-F-16884, đúng hơn là có thể gọi là F76 khi phù hợp yêu cầu của NATO F76). Không áp dụng các số đo độ chụm khi áp dụng phương pháp này cho các loại nhiên liệu không nêu trên.

1.2 Phương pháp này không áp dụng cho các loại nhiên liệu chứa dầu cặn. Phương pháp này chưa được thông qua để thử nghiệm diesel sinh học như trong yêu cầu kỹ thuật của TCVN 7717 và ASTM D 6751, hoặc hỗn hợp của phân cất trung bình với diesel sinh học như trong yêu cầu kỹ thuật của ASTM D 7467 hoặc cả hai. Phương pháp thử ASTM D 7462 nhằm xác định sự phù hợp của B 100 và tất cả hỗn hợp của phân cất trung bình và diesel sinh học.

CHÚ THÍCH 2: Dầu đốt 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 đáp ứng ASTM D 6751. Mẫu thử chứa diesel sinh học có thể cho kết quả sai khi làm hòa tan một phần hoặc làm hỏng màng lọc.

1.3 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn, giá trị ghi trong ngoặc đơn dùng để tham khảo.

1.4 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 8146:2013

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 7717 *Nhiên liệu diesel sinh học gốc (B100) – Yêu cầu kỹ thuật.*

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]].*

ASTM D 6751 *Specification for biodiesel fuel blend stock (B100) for middle distillate fuels [Nhiên liệu diesel sinh học gốc (B100) – Yêu cầu kỹ thuật]].*

ASTM D 7462 *Test method for oxidation stability for biodiesel (B100) and blend of biodiesel with middle distillate petroleum fuel (accelerated method) (Nhiên liệu diesel sinh học (B100) và hỗn hợp nhiên liệu diesel sinh học pha trộn với nhiên liệu dầu mỏ phân cắt trung bình – Phương pháp xác định độ ổn định oxy hóa (Phương pháp tăng tốc).*

ASTM D 7467 *Specification for diesel fuel oils, biodiesel blend (B6 to B20) [Hỗn hợp diesel sinh học, nhiên liệu diesel (B6 đến B20) – Yêu cầu kỹ thuật].*

MIL-F-16884 *Fuel, Navy distillate (Nhiên liệu chưng cất dùng cho hàng hải).*

3 Thuật ngữ, định nghĩa

3.1 Định nghĩa các thuật ngữ dùng trong tiêu chuẩn này:

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 và các chất này 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 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, các chất dễ lấy ra từ bình oxy hóa và ống cấp oxy bằng dung môi hydrocacbon.

3.1.3**Độ ổn định vốn có (Inherent stability)**

Khả năng chịu sự thay đổi khi tiếp xúc với không khí, nhưng không có các yếu tố môi trường khác như nước, hoặc các bề mặt kim loại hoạt động và bụi.

3.1.4**Tổng các chất không tan (Total insolubles)**

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

3.1.5**Thời điểm zero (Zero time)**

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

3.1.5.1 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 350 mL nhiên liệu phân cắt trung bình đã lọc được làm già hóa tại 95 °C (203 °F) trong 16 h bằng oxy được thổi 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 các chất không tan có thể lọc được. Sau đó các chất không tan kết dính được lấy ra khỏi từ bình oxy hóa và dụng cụ thủy tinh bằng hỗn hợp ba dung môi. Cho hỗn hợp ba dung môi bay hơi để thu được lượng chất không tan kết dính. 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 cung cấp cơ sở để đánh giá độ ổn định khi tồn chứa nhiên liệu phân cắt trung bình như dầu đốt loại No. 2.

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 nhiên liệu 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 Áp dụng phương pháp này sẽ cho các kết quả nhanh hơn so với phương pháp ASTM D 4625 với phép thử trong bình là 43 °C. Tuy nhiên, do kết quả của việc tăng nhiệt độ nhanh hơn và oxy tinh khiết, bản chất và lượng các chất không tan có thể bị sai lệch cao hơn so với ASTM D 4625 là các chất không tan hình thành khi lưu trữ ngoài hiện trường.

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. Các chất khác như đồng, crom xúc tác phản ứng oxy hóa sẽ tạo ra lượng lớn hơn các chất không tan. Vì các thiết bị sử dụng trong phương pháp này cũng có thể sử dụng trong ASTM D 943, trong đó có dùng xúc tác là dây đồng xoắn hoặc thép, 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 Nếu sử dụng acetone loại thương phẩm trong hỗn hợp ba dung môi, tạp chất trong đó có thể làm cho kết quả đo lượng chất không tan kết dính cao hơn thực tế. Do vậy, phải sử dụng các hóa chất cấp thuốc thử hoặc cao hơn để pha hỗn hợp ba dung môi.

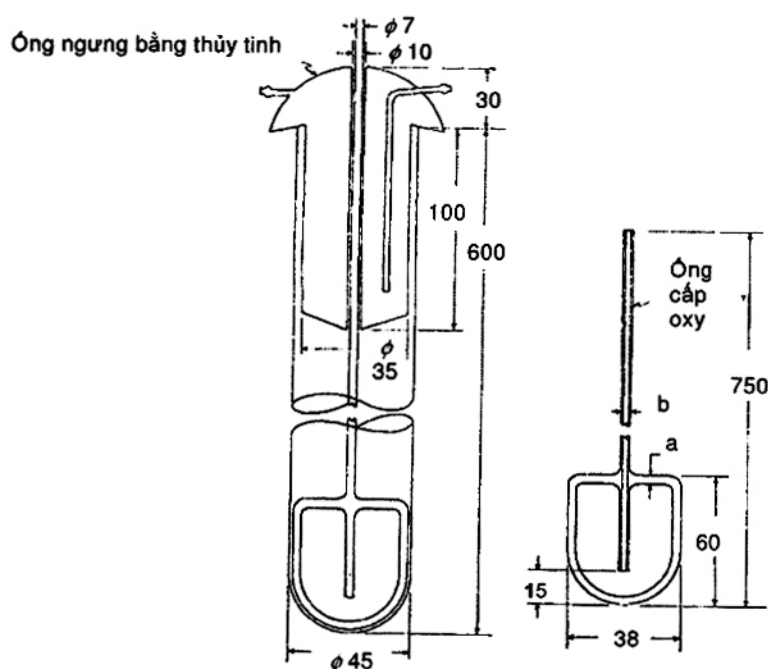
6.3 Thực tế cho thấy nếu tiếp xúc với ánh sáng tử ngoại sẽ làm tăng tổng lượng các chất không tan. Do vậy, nhiên liệu đem thử cần được bảo quản che chắn, tránh tiếp xúc trực tiếp với ánh sáng tử ngoại (ánh sáng mặt trời hoặc ánh sáng huỳnh quang). Khi thực hiện các công việc lấy mẫu, đo, lọc và cân mẫu, tránh tiếp xúc trực tiếp với ánh sáng mặt trời và tiến hành thử nghiệm tại các vị trí tối, phù hợp với các thao tác 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 trong chỗ tối.

7 Thiết bị, dụng cụ

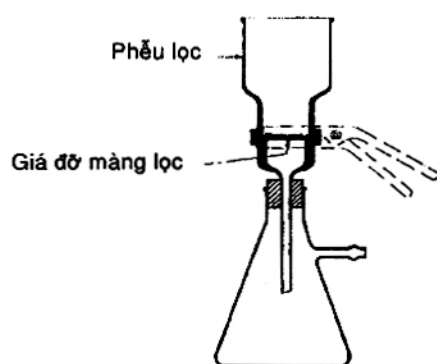
CHÚ THÍCH 2: Cần hiệu chuẩn định kỳ tất cả các thiết bị theo hướng dẫn của nhà chế tạo để đảm bảo tính ổn định của các kết quả.

7.1 *Bình oxy hoá*, bằng thủy tinh boro silicat, như trong Hình 1, bao gồm ống thử, ống ngưng, và ống cấp oxy. Bình này giống như bình sử dụng trong ASTM D 943.

7.2 *Bể gia nhiệt*, có bộ điều khiển nhiệt cho môi trường chất lỏng, có khả năng duy trì nhiệt độ bể tại $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($203\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 0,4\text{ }^{\circ}\text{F}$) và được lắp dụng cụ khuấy phù hợp để tạo nhiệt độ đồng đều trong cả bể. Bể phải đủ lớn để có thể đặt chìm các bình oxy hoá với độ sâu khoảng 350 mm. Ngoài ra, bể cũng được đặt ở vị trí sao cho các mẫu nhiên liệu trong các bình oxy hoá không bị tiếp xúc với ánh sáng trong quá trình oxy hóa.

**CHÚ DẪN:**

- a Ống thủy tinh Pyrek, ϕ 7 mm
- b Que thủy tinh Pyrek, ϕ 6 mm

Hình 1 – Bình oxy hoá**Hình 2 – Dụng cụ xác định các chất không tan có thể lọc được**

7.3 Lưu lượng kế, có khả năng đo tốc độ oxy $3 \text{ L/h} \pm 0,3 \text{ L/h}$. Mỗi bình 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 $80^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ($176^\circ\text{F} \pm 4^\circ\text{F}$) để sấy các vật liệu lọc.

7.5 Tủ sấy dụng cụ thủy tinh, có khả năng sấy các dụng cụ thủy tinh ở $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ ($221^\circ\text{F} \pm 9^\circ\text{F}$).

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

7.7 Màng lọc, màng lọc este xenlulo không có chất hoạt động bề mặt, có đường kính 47 mm, kích thước lỗ danh nghĩa $0,8 \mu\text{m}$.

7.7.1 Sử dụng các màng lọc đơn cho công đoạn tiền lọc.

7.7.2 Sử dụng cặp màng lọc có khối lượng như nhau hoặc màng lọc mẫu và màng lọc đã cân trước để xác định các chất không tan có thể lọc được.

7.8 Cốc bay hơi, loại cao, có mỏ, bằng thủy tinh boro silicat có dung tích 200 mL.

7.9 Bếp điện phẳng, có khả năng gia nhiệt chất lỏng trong cốc bay hơi (7.8) đến 135°C (275°F).

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. Nếu không có qui định khác thì 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 – Nếu không có qui định khác, nước được đề cập đến trong tiêu chuẩn này được hiểu là nước cấp thuốc thử, phù hợp loại III qui 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 qui 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 và bụi bẩn lọt từ đường ống vào bình oxy hóa, sử dụng bộ điều áp đủ để duy trì lưu lượng khí không đổi vào hệ thống thiết bị. Sử dụng bình oxy với độ tinh khiết qui định, và được cấp bằng bộ điều áp hai pha. (Cảnh báo – oxy làm tăng quá trình cháy. Không dùng thiết bị có bề mặt dính dầu, mỡ).

8.5 Hỗn hợp ba dung môi, là hỗn hợp gồm ba thành phần axeton, methanol và toluen có thể tích bằng nhau. Xem 8.1. (Cảnh báo – Chú ý không dùng 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 trên có thể làm tăng 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 Tiến hành phân tích các mẫu nhiên liệu ngay sau khi nhận mẫu. Nếu không thể thực hiện phép thử mẫu nhiên liệu trong ngày thì phải phủ bằng khí trơ như nitơ không có oxy, argon, hoặc heli và bảo quản ở nơi có nhiệt độ không cao hơn 10 °C (50 °F) nhưng không thấp hơn điểm vẫn đục của mẫu nhiên liệu. (**Cảnh báo** – Không dùng các bình nhựa để chứa mẫu, vì có nguy cơ chiết các chất hóa dẻo. Nên chứa các mẫu trong các can kim loại đã được làm sạch trước theo TCVN 6777 (ASTM D 4057). Có thể dùng các bình bằng thủy tinh boro silicat nếu các bình được bọc hoặc đặt trong hộp để tránh ánh sáng. Không dùng các bình thủy tinh kiềm.

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 (5 gal) hoặc can lớn hơn thì áp dụng qui trình thích hợp nêu trong TCVN 6777 (ASTM D 4057). Khuấy kỹ các mẫu phòng thử nghiệm nhỏ hơn bằng cách lắc, xoay tròn, hoặc theo cách khác trước khi chia mẫu bằng cách rút, sử dụng pipet hoặc bằng các dụng cụ khác. Trước khi sử dụng, các dụng cụ như ống lấy mẫu, bể lấy mẫu, 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 tráng bằng một phần mẫu. Đối với các mẫu được lưu giữ ở nhiệt độ dưới 10 °C (50 °F), trước khi khuấy và tiến hành chia mẫu, cần để mẫu ấm lên đến nhiệt độ phòng để sáp đó tách ra có thể tan trở lại và độ nhớt của mẫu giảm đến điểm cho phép khuấy hiệu quả.

10 Chuẩn bị thiết bị

10.1 *Chuẩn bị các dụng cụ thủy tinh trừ bình 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 kiềm yếu. Tráng ba lần bằng nước cất hoặc nước khử ion, sau đó bằng axeton để loại nước.

10.2 *Chuẩn bị bình oxy hoá và các phụ tùng* – Sau khi thực hiện xong 10.1, rót đầy dung dịch chất tẩy rửa pha trong nước vào bình oxy hoá. Lắp ống cấp oxy vào bình oxy hóa, sau đó lắp ống ngưng ở phía trên và để ngâm trong dung dịch rửa ít nhất trong hai giờ. Rửa, đổ đi, sau đó tráng năm lần bằng nước vôi, và sau đó lại tráng ba lần bằng nước cất hoặc nước khử ion

phù hợp loại III theo TCVN 2117 (ASTM D 1193). Tráng bằng axeton, đổ đi và để khô bình oxy hoá cũng như ống cấp oxy.

10.3 Chuẩn bị cốc bay hơi – Làm khô các cốc (10.1) đã sạch có dung tích 200 mL trong 1 h trong tủ sấy tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($221\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 9\text{ }^{\circ}\text{F}$). Đặt các cốc trong bình hút ẩm (không có chất hút ẩm) và 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 (nêu 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 (12 psi). Rút 400 mL nhiên liệu qua bộ lọc (xem 7.7) vào bình hút sạch bằng thủy tinh dung tích 500 mL. Lặp 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 lượng chất rắn từ mẫu sau lớn hơn.

11.2 Lắp thiết bị oxy hoá

11.2.1 Lắp ống cấp oxy đã được làm sạch vào bình oxy hóa đã được làm sạch (Điều 10). Rót vào bình oxy hoá 350 mL ± 10 mL mẫu nhiên liệu đã qua lọc. Ngay sau khi đóng rót xong nhiên liệu nhưng không được để quá 1 h, ngâm bình thử vào bể gia nhiệt đã được duy trì nhiệt ở $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($203\text{ }^{\circ}\text{F}$). Trong bất kỳ khoảng thời gian chuyển tiếp nào, bình oxy hoá đã được làm sạch cần được bảo quản trong chỗ tối. Mức nhiên liệu trong bình oxy hoá đã được làm sạch phải thấp hơn mức chất lỏng trong bể gia nhiệt.

11.2.2 Đặt ống ngưng trên ống cấp oxy và bình oxy hoá, nối ống ngưng với nước làm nguội. Nối ống cấp oxy với nguồn cấp qua lưu lượng kế và điều chỉnh lưu lượng đến $3\text{ L/h} \pm 0,3\text{ L/h}$. 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 nhiên liệu dầu mỏ ổn định có các tính chất lý học tương tự với các tính chất của nhiên liệu đang được thử.

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

CHÚ THÍCH 3: Tiêu chuẩn quân đội MIL-F-16884 cho phép sử dụng qui trình của Tiêu chuẩn này có thay đổi, trong đó thời gian trong bể gia nhiệt kéo dài đến 40 h. Có thể áp dụng các chu kỳ khác với chu kỳ 16 h trong công tác nghiên cứu hoặc cho các Tiêu chuẩn khác. Tuy nhiên, các giá trị về độ chum nêu trong tiêu chuẩn này chỉ áp dụng cho chu kỳ 16 h trong bể gia nhiệt.

11.3 Làm nguội mẫu

11.3.1 Sau khoảng thời gian $16\text{ h} \pm 0,25\text{ h}$ 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 đẩy lên từng bình để tránh bị bụi bắn hoặc hơi ẩm. Ghi lại thời điểm khi lấy bình đầu tiên ra.

11.3.2 Đặt bình trong chỗ tối, thoáng ở nhiệt độ phòng, nhiệt độ này cao hơn điểm đông đặc của nhiên liệu, 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 Lắp thiết bị lọc như nêu trên Hình 2, sử dụng một bộ cửa cặp màng lọc như nhau. Áp dụng lực hút hoặc chân không để lọc mẫu trong thời gian qui định (khoảng 80 kPa (12 psi); đổ mẫu đã nguội qua bộ lọc. *Hút hết toàn bộ nhiên liệu khỏi màng lọc trước khi rót isooctan vào bộ lọc.*

CHÚ THÍCH 4: Nếu việc lọc mẫu không hoàn tất trong vòng 2 h là do tắc bộ lọc nghiêm trọng, chuyển phễu lọc cùng với nhiên liệu bị lưu giữ qua bộ lọc khác.

11.4.2 Khi hoàn tất việc lọc, tráng toàn bộ bình oxy hoá ba lần, mỗi lần bằng một lượng $50\text{ mL} \pm 5\text{ mL}$ isooctan lấy từ bình tia hoặc bình có khả năng lấy trực tiếp dòng nhỏ isooctan. Cho tất cả chất rửa qua bộ lọc.

11.4.3 Sau khi đã thực hiện xong việc lọc và rửa thiết bị oxy hoá, rửa các mặt trong của phễu lọc từ trên xuống bằng một lượng $50\text{ mL} \pm 5\text{ mL}$ isooctan từ bình tia. Tia isooctan phải được hướng sao cho có thể đẩy được các hạt vào giữa bộ lọc.

11.4.4 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 trước đó bộ lọc được rửa đủ sạch để loại bỏ hoàn toàn nhiên liệu chưng cất. Tháo chân không và tháo bộ lọc. Bỏ phần lọc đi.

11.4.5 Sấy khô hai màng lọc ở $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($176\text{ }^{\circ}\text{F}$) trong 30 min, để nguội màng lọc trong 30 min. Sau đó cân từng màng lọc riêng biệt (màng phía trên chứa mẫu và màng phía dưới không chứa mẫu) với độ chính xác 0,1 mg.

11.5 Xác định các chất không tan kết dính

11.5.1 Sau khi rửa lần cuối bình oxy hoá và ống cấp oxy bằng isooctan, hòa tan các chất không tan kết dính có trên 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 bình oxy hoá và ống cấp oxy xem có vết bắn, hoặc vết màu thể hiện sự loại bỏ chưa hoàn toàn hay không. Nếu thấy có vết bắn hoặc vết màu khác 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 cao thành dung tích 200 mL. Đặt cốc này trên bếp điện, cho bay hơi hỗn hợp ba dung môi ở nhiệt độ 135 °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 qui định trong TCVN 6593 (ASTM D 381) và cho bay hơi hỗn hợp ba dung môi ở 160 °C theo phương pháp phun khí qui 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 Tính khối lượng các chất không tan có thể lọc được (*A*) bằng miligam trên 100 mL theo công thức sau:

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

trong đó

W_1 là khối lượng màng lọc không chứa mẫu (màng lọc dưới), tính bằng mg;

W_2 là khối lượng màng lọc có mẫu (màng lọc trên), tính bằng mg;

3,5 là hệ số tương ứng với 100 mL nhiên liệu.

12.2 Tính khối lượng các chất không tan kết dính (*B*) bằng miligam trên 100 mL theo công thức sau:

$$B = \frac{(W_6 - W_4) - (W_5 - W_3)}{3,5} \quad (2)$$

trong đó

W_3 là khối lượng bì của cốc đựng mẫu trắng, tính bằng mg;

W_4 là khối lượng bì của cốc đựng mẫu, tính bằng mg;

W_5 là khối lượng cuối cùng của cốc đựng mẫu trắng, tính bằng mg; và

W_6 là khối lượng cuối cùng của cốc đựng mẫu, tính bằng mg.

12.3 Tính tổng khối lượng các chất không tan (C) theo miligam trên 100 mL, là tổng của các chất không tan có thể lọc được (A) và các chất không tan kết dính (B).

$$C = A + B \quad (3)$$

trong đó

C là tổng khối lượng các chất không tan, tính bằng mg/100 mL;

A là khối lượng các chất không tan có thể lọc được, tính bằng mg/100 mL; và

B là khối lượng các chất không tan kết dính, tính bằng mg/100 mL;

CHÚ THÍCH 5: Một vài tiêu chuẩn yêu cầu báo cáo kết quả theo hệ đơn vị SI là g/m³, không theo mg/100 mL. Trong trường hợp đó các giá trị tính theo mg/100 mL có thể chuyển đổi sang hệ đơn vị SI bằng cách nhân với mười.

13 Báo cáo kết quả

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

Bảng 1 – Các số liệu độ chụm đã tính cho một vài mức tổng các chất không tan^A

Tổng các chất không tan mg/100 mL	Độ lặp lại	Độ tái lập
0,1	0,30	0,60
0,5	0,45	0,89
1,0	0,54	1,06
1,5	0,60	1,17
2,0	0,64	1,26
2,5	0,68	1,33
3,0	0,71	1,40

^A Các giá trị này cũng được áp dụng khi các chất không tan kết dính được xác định khi sử dụng phương pháp làm khô khác.

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

14 Độ chụm và độ chệch

14.1 Độ chụm (xem Bảng 1) của phương pháp này được xác định bằng cách thống kê (xem Chú thích 5) các kết quả thử giữa các phòng thử nghiệm như sau:

14.1.1 Độ lặp lại – Chênh lệch giữa hai kết quả thử nghiệm thu được từ cùng một thí nghiệm viên tiến hành với cùng một thiết bị trong cùng các điều kiện thử, trên cùng một mẫu thử, tiến hành trong thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị:

$$0,54 \left(\sqrt[4]{\text{Tổng các chất không tan, mg/100 mL}} \right) \quad (4)$$

14.1.2 Độ tái lập – Chênh lệch giữa hai kết quả đơn lẻ và độc lập thu được do các thí nghiệm viên khác nhau tiến hành ở những phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài, với thao tác bình thường và chính xác theo phương pháp thử, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt giá trị:

$$1,06 \left(\sqrt[4]{\text{Tổng các chất không tan, mg/100 mL}} \right) \quad (5)$$

14.2 Độ chệch – Không có vật liệu chuẩn được chấp nhận để xác định độ chệch của phương pháp này, do vậy phương pháp không qui định độ chệch.
